

**Diszlokáció szerkezet és vakancia–koncentráció
meghatározása
in–situ szinkrotronos röntgendiffrakció alapján**

doktori értekezés

Hanák Péter

Témavezető: Dr. Ungár Tamás DSc
egyetemi tanár



ELTE TTK Fizika Doktori Iskola
Iskolavezető: Dr. Horváth Zsolt

Anyagtudomány és szilárdtestfizika program
Programvezető: Dr. Lendvai János

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Természettudományi Kar
Anyagfizikai Tanszék

Budapest, 2009

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés.....	5
2.	Elméleti összefoglalás.....	7
2.1.	A képlékeny deformáció.....	7
2.2.	A heterogén diszlokáció szerkezet kompozit modellje.....	10
2.3.	Kiértékelési módszerek – vonalprofil analízis.....	17
3.	Kutatási eredmények	22
3.1.	Plasztikus deformáció során, szinkrotron mellett in-situ RTG méréssel meghatározott másodrendű fázisátalakulás a diszlokáció struktúrában [S2].....	22
3.1.1.	A mérési összeállítás	22
3.1.2.	Eredmények.....	24
3.1.2.1.	A feszültség és a deformáció kapcsolata az összenyomás alatt.....	24
3.1.2.2.	Az aszimmetrikus diffrakciós profilok kiértékelése.....	25
3.1.2.3.	Az RTG diffrakciós adatok kiértékelése.....	26
3.1.2.4.	A diszlokáció szerkezet	30
3.1.3.	Következtetések	35
3.1.4.	Összefoglalás	39
3.2.	Hengerelt és csavart Ni polikristály vizsgálata szinkrotron mellett [S1]	40
3.2.1.	A mérési összeállítás	40
3.2.1.1.	A minták	40
3.2.1.2.	Az RTG mérések	41
3.2.1.3.	Maradó ellenállás mérés	42
3.2.2.	A kiértékelési eljárás	42
3.2.3.	Eredmények.....	44
3.2.4.	Következtetések	48
3.2.4.1.	A deformáció függvényében mért RTG és ellenállásmérések eredményeinek összehasonlítása.....	48
3.2.4.2.	A diszlokáció-struktúra fejlődése a szemcsén belül	49

3.3.	A mikroszerkezet térbeli változásai Cu egykristályokban, plasztikus deformáció közben [S4]	51
3.3.1.	A mérési összeállítás	51
3.3.2.	A kiértékelési eljárás	52
3.3.3.	Eredmények.....	53
3.3.4.	Összefoglalás	58
3.4.	Plasztikusan deformált réz mintákban lévő vakancia koncentrációk meghatározása diffúz RTG háttérből [S2, S3, S5].....	59
3.4.1.	A mérési összeállítás	61
3.4.2.	A kiértékelési eljárás	61
3.4.3.	Eredmények.....	63
3.4.4.	Következtetések	65
3.4.5.	Összefoglalás	73
4.	Összefoglalás	75
5.	Summary	77
6.	Új tudományos eredmények.....	79
6.1.	Plasztikus deformáció során, szinkrotron mellett in–situ RTG méréssel meghatározott másodrendű fázisátalakulás a diszlokáció struktúrában [S2]	79
6.2.	Hengerelt és csavart Ni polikristály vizsgálata szinkrotron mellett [S1]	80
6.3.	A mikroszerkezet térbeli változásai Cu egykristályokban, plasztikus deformáció közben [S4]	80
6.4.	Plasztikusan deformált réz mintákban lévő vakancia koncentrációk meghatározása diffúz RTG háttérből [S2, S3, S5].....	81
7.	New scientific results.....	82
7.1.	A second-order phase-transformation of the dislocation structure during plastic deformation determined by in situ synchrotron X-ray diffraction [S2]	82

7.2.	Microstructural Parameters In Large Strain Deformed Ni-Polycrystals As Investigated By Synchrotron Radiation [S1].....	83
7.3.	Spatial Fluctuations of the Microstructure during Deformation of Cu Single Crystals [S4].....	83
7.4.	Vacancy concentrations determined from the diffuse background scattering of X-rays in plastically deformed copper [S2, S3, S5].....	84
8.	Köszönetnyilvánítás.....	85
9.	A disszertációhoz kapcsolódó saját publikációk jegyzéke	86
10.	Irodalomjegyzék	87

1. Bevezetés

Az elmúlt évtizedekben a röntgensugarak használata az anyagok mikroszerkezetének megismerésében elterjedt módszerre vált. A röntgen vonalprofil–analízis segítségével nem csak a szemcseméret–eloszlást és a diszlokáció sűrűséget tudjuk meghatározni, hanem a diszlokációk elrendeződéséről és a belső feszültségekről is információt kapunk.

Munkám célja a mikroszerkezet fluktuációinak jellemzése nagy képlékeny deformáció hatására. A deformáció növekedésével a fluktuációk egy maximumon mennek keresztül, majd jelentős mértékben csökkennek. A IV szakaszban a mikroszerkezet egy bizonyos méretskálán homogenizálódik. A homogenizálódás oka a nagyon nagy deformációk esetén fellépő jelentős többlet vakancia képződés. A diszlokáció annihiláció során vakanciák és intersticiális atomok képződnek. Az intersticiális atomok gyorsan kiteperálódnak ill. eltűnnek, mivel nagyon nagy az aktiválási energiájuk. A vakanciák jelentős számban benn maradnak a kristályban. Ez jelentős diffúziós aktivitást okoz, ami hozzájárul a mikroszerkezet homogenizálódásához.

A dolgozat fejezeteinek tartalma a következő:

A második pont alpontjaiban összefoglalom a jelenséghez kapcsolódó elméleti alapokat és előzményeket. Szót ejtek a kristályok deformációjáról, a diszlokáció szerkezet kompozit modelljéről és a röntgen vonalprofilok kiértékelésének módszereiről.

A harmadik pontban ismertetem a kutatási eredményeket. Elsőként egy in-situ, Cu egykristály mintán, szinkrotron mellett végzett deformáció közbeni RTG vonalprofil analízis eredményeit mutatom be. A deformáció során létrejövő mikroszerkezet térbeli változásait is vizsgáltuk. A 3.2-es pontban Ni polikristály deformáció utáni vizsgálatát találjuk, míg a 3.3-as pontban Cu egykristályban deformáció hatására kialakuló mikroszerkezet térbeli változásának összenyomás közbeni vizsgálatáról esik szó. A 3.4

pontban Cu egykristályban és polikristályban deformáció közben lezajló vakancia képződést vizsgáljuk.

2. Elméleti összefoglalás

2.1. A képlékeny deformáció

Külső erő hatására a kristályos anyagok deformációt szenvednek. Ez a deformáció a külső feszültség egy bizonyos értékéig reverzibilis. Egy bizonyos – az anyagra és a deformáció típusára jellemző – határérték felett a deformáció maradandó lesz. Ezt a folyamatot hívjuk képlékeny deformációnak. A képlékeny deformáció folyamata szoros kapcsolatban van az anyagban lejátszódó atomi méretű változásokkal, nevezetesen a különféle atomi szintű kristályhibákkal kapcsolatos folyamatokkal.

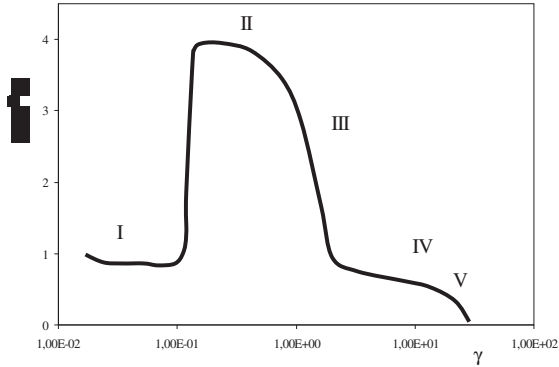
Az anyagok képlékeny deformációja során az 1900-as évek elején Volterra által feltételezett diszlokációk kulcsszerepét Orowán és Polányi, valamint Taylor fedezték fel az 1930-as években. A Taylor-féle összefüggés kapcsolatot teremt a csúszósíkba levetített nyírófeszültség és a diszlokáció sűrűség között:

$$\tau = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{\rho}, \quad (2.1)$$

ahol G a nyírási modulus, b a diszlokációk Burgers vektora, τ_0 egy a súrlódásból adódó – általában elhanyagolható nagyságú – feszültségkomponens, α pedig egy dimenziótlan arányossági tényező. Az összefüggés a fenti formájában csupán speciális csúszási rendszerekre igaz, viszont más esetekben is a fentihez hasonló összefüggést kapunk.

A képlékeny deformáció vizsgálatához széles körben a feszültség–alakváltozás diagramokat hívják segítségül. Ezeken a diagramokon a deformáció függvényében ábrázoljuk az alkalmazott külső feszültséget. Az ábrázolás másik módja a csúszósíkba levetített feszültség ábrázolása a csúszósíkba levetített deformáció függvényében. A két–két érték közötti összefüggésben kulcsszerepet játszik a csúszási sík orientációjának

adatait tartalmazó Schmid-faktor. A feszültség–alakváltozás diagram mellett a deformáció folyamatát ábrázolhatjuk az úgynevezett Mecking–plot segítségével.



2.1. ábra:

Jellegzetes Mecking–plot egykristályok deformációja esetén. A római számok a deformáció különböző szakaszait jelölik.

A Mecking–plotban a

$$\Theta = \frac{\partial \tau}{\partial \gamma} \quad (2.2)$$

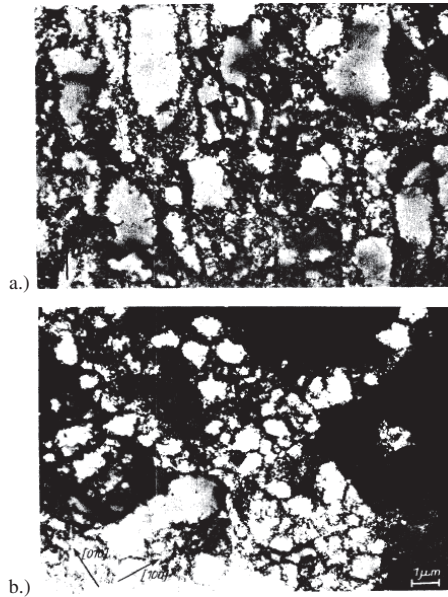
differenciálhányadost ábrázolják τ függvényében. (Itt τ a csúszósíkba levetített feszültség, γ pedig a csúszósíkba levetített deformáció.) A (2.2) egyenletben definiált mennyiséget alakítási keményedési sebességnek hívják. A fent említett Mecking–plot egykristályokra jellemző sematikus rajzát láthatjuk az 2.1. ábrán.

Az I – III szakasz már az 1950-es években a tudományos érdeklődés látóterébe került. A képlékeny deformáció szakaszokra bontását először Andrade és Henderson [1] javasolta. Ők vezették be az I és II szakaszt. Később Diehl [2] bevezette a III szakaszt. A IV szakaszt Stüwe [3] és Kovács [4] munkája révén kezdték el vizsgálni. Végül Mecking [5] rendezte a deformáció szakaszait végleges formájukba. Az I és II szakaszban a deformáció egy, illetve néhány kitüntetett csúszási rendszer “beindulásával” valósul meg. A II szakaszban az alkalmazott feszültség átlépi a többi csúszási rendszer beindulásához szükséges küszöböt. Ezért az I és II szakasz csak megfelelően orientált egykristályokban figyelhető meg. A III szakaszban – mivel nem csak egy csúszási sík aktív – a Schmid-faktor helyett a különböző csúszási rendszerek átlagolt adatait tartalmazó Taylor faktort (Θ) használjuk. A IV szakaszban Θ egy viszonylag alacsony értéken állandó marad. A IV szakasz hossza deformáció-sebesség és hőmérséklet-függést mutat [6, 7, 8]. Az extrém nagy deformációknál jelentkező V szakaszban Θ zérussá válik.

2.2. A heterogén diszlokáció szerkezet kompozit modellje

Bizonyos fémeknél a III deformációs szakaszban TEM vizsgálatokkal kis és nagy diszlokáció sűrűségű tartományok kialakulását figyelték meg [9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16]. A nagy diszlokáció sűrűségű tartományok mintegy falként körülvesszék a kis diszlokáció sűrűségű tartományokat. Ezért ezt a szerkezetet diszlokációs cellaszerkezetnek nevezték el, ahol a kis diszlokáció sűrűségű tartományokat cellabelsőknek, a nagy diszlokáció sűrűségű tartományokat pedig cellafalaknak nevezzük. A III szakasz kezdetén a cellafalak és a cellabelsők orientációja közel azonos [17, 18]. A IV szakaszhoz közelítve kisszögű határokkal elválasztott diszlokáció cellák keletkeznek [13, 14, 15, 19]. A IV szakaszban a felaprózódás megáll, a cellafalak elvékonyodnak és gyakran lamellás szerkezet alakul ki [13, 14, 15, 16]. A 2.2a és 2.2b ábrán egy nyújtott [001] orientációjú réz egykristály deformáció utáni TEM képét láthatjuk. Az alkalmazott deformáció nyírófeszültségre átszámolva 75,6 MPa volt.

Mughrabi és munkatársai kidolgoztak egy kompozit modellnek nevezett modellt [11, 20], amely alkalmas a diszlokációkat tartalmazó kristályok képlékeny deformáció során megfigyelhető viselkedésének leírására. A képlékenyen deformált anyagok kompozit modelljét egy nyújtott [001] orientációjú réz egykristályon mutatjuk be. Ez az orientáció ideális a többszörös csúszás beindulásához [20, 21, 22]. A kompozit modell alapfeltevétele az, hogy a képlékeny deformáció során a kristályon belül kemény, diszlokációkban relatívan gazdag cellafalak és a cellafalakhoz képest puha, kis diszlokáció sűrűséggel bíró cellabelsők alakulnak ki. A fenti és a hozzájuk hasonló TEM felvételek alapján feltételezhető, hogy a kemény és a puha tartományok az alkalmazott feszültség mentén rendeződnek. Egy ilyen szerkezet deformációjának feszültségfüggését modellezhetjük a kétféle keménységű komponens ideális feszültség–deformáció görbéivel. (2.3a. ábra)



2.2. ábra

[001] orientációjú Cu egykristály TEM képe 75,6 MPa feszültség alkalmazása után. Forrás: [11].

a.) A deformáció tengelyével párhuzamos irányból.

b.) A deformáció tengelyére merőleges irányból.

A cellabelsők folyáshatáráig az egész anyag rugalmas deformációt szenved. További feszültség hatására a cellabelsők képlékenyen deformálódnak, míg a cellafalak továbbra is rugalmasan, egészen addig, amíg az alkalmazott feszültség értéke eléri a cellafalakra

vonatkozó folyáshatárt. Ennél nagyobb feszültség hatására az egész anyag képlékenyen deformálódik. Ezután a pillanatnyi alkalmazott feszültség:

$$\sigma = f_w \sigma_w + (1-f_w) \sigma_c \quad (2.3)$$

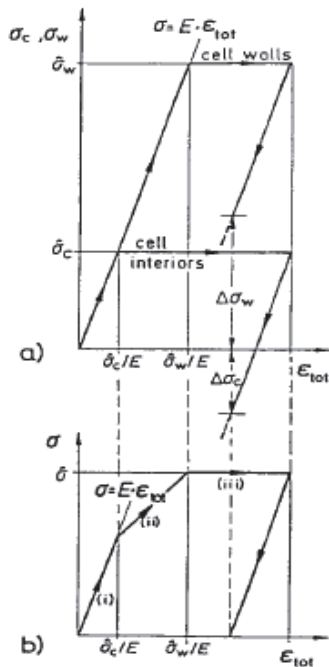
ahol f_w a cellafalakhoz tartozó anyag térfogati aránya, σ_w és σ_c pedig a cellafalakban, illetőleg a cellabelsőkben lévő pillanatnyi feszültség.

A kompoziton értelmezett „makroszkopikus” folyáshatár, $\bar{\sigma}$ a (2.3) egyenlettel formailag egyező egyenletből kapható. A 2.3b. ábrán a kompozit–szerkezet hipotetikus feszültség–deformáció diagramját láthatjuk. A diagramot a 2.3a. ábrából származtattuk a (2.3) egyenlet segítségével. Az ábrán három szakaszt különböztethetünk meg. Az (i) szakaszban mind a cellabelsők mind a cellafalak rugalmasan deformálódnak. A (ii) szakaszban a cellabelsők képlékeny alakváltozást szenvednek, a cellafalak viszont még rugalmasan deformálódnak. A (iii) szakaszban az egész anyag képlékeny alakváltozáson megy keresztül.

Amint a 2.3a. ábra mutatja, a külső feszültség megszűnése után egy $\Delta\sigma_w$ -vel jelölt húzóirányú feszültség marad a cellafalakban, a cellabelsőkben pedig egy $\Delta\sigma_c$ -vel jelölt nyomóirányú feszültség. Ebben az állapotban a feszültség egyensúly megköveteli, hogy:

$$\Delta\sigma_w f_w + \Delta\sigma_c (1-f_w) = 0. \quad (2.4)$$

A 2.4. ábra az idealizált diszlokáció cellaszerkezetet az alkalmazott húzófeszültséggel párhuzamos keresztmetszetét ábrázolja. Az ábrán látható esetben az egykristály többszörös csúszás beindulásához van orientálva. A négy aktív csúszósíkból kettőt a cellabelsőbe rajzolt vonalakkal jelöltünk. A deformáció során a diszlokációk a cellafalak és cellabelsők határvonaláig mozognak, majd itt feltorlódnak egészen addig, amíg a külső feszültség eléri a cellafalakra vonatkozó folyási feszültséget. Amint az ábrán is látszik, egy–egy éldiszlokáció ekvivalens egy a diszlokáció fallal párhuzamos Burgers vektorú diszlokációval.

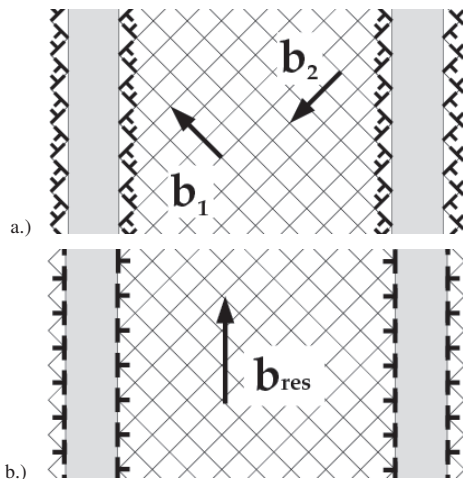


2.3. ábra

A diszlokációs cellaszerkezetet tartalmazó kristály ideális feszültség-deformáció diagramjai.

a.: A cellafalak és a cellabelsők lokális viselkedése

b.: A cellafal/cellabelső kompozit (a)-ból származtatott viselkedése. Forrás: [46].



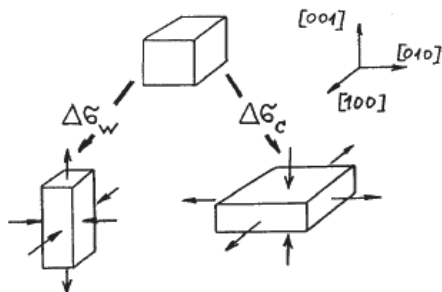
2.4. ábra

A diszlokáció falak és cellák határánál feltorlódozó diszlokációk.

Ezek a diszlokációk a cellabelsőbe beékelődött extra atomsíkokként is felfoghatóak, amelyek a tárgyalt esetben egy, az eredeti feszültség irányával egy egyenesbe eső összenyomásként értelmezhetők. A cellafal felől nézve ezek a diszlokációk hiányzó atomsíkokat jelentenek, így a cellafalban húzófeszültség keletkezik. A határon felgyülemelő diszlokációk biztosítják a feszültségegyensúlyt a cellafalak és a cellabelsők között.

A térben változó belső feszültségek hatására egy ugyanolyan térbeli elhelyezkedéssel bíró rácsstorzulás is fellép az anyagban. Eredetileg köbös rács esetén a belső feszültségek hatására a rács tetragonálissá torzul. A 2.5. ábrán a rácsstorzulás sematikus képét

láthatjuk. A kezdeti cellát köbösnek feltételezve az ábrán láthatjuk a cellafalak és a cellabelsők torzulását.

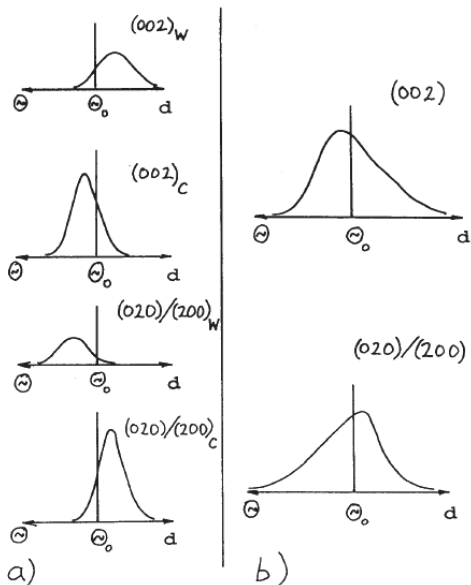


2.5. ábra

A belső feszültség által okozott tetragonális torzulás sematikus rajza. Az eredetileg köbös elemi cella alakváltozása erősen fel van nagyítva. Az ábrán láthatóak az oldalsó deformációk is. Forrás: [23].

A változás szemléltetése végett a hatást erősen felnagyítottuk. Feltesszük továbbá, hogy a maradó belső feszültségek tengelyirányúak. Amennyiben a kétféle anyagban külön-külön végeznénk diffrakciós méréseket, négy különböző vonalprofilt mérhetnénk, ahogy a 2.6a. ábra mutatja.

Az ábrán megfigyelhetők a köbös rács (002), vagyis a deformáció tengelyére merőleges, illetve a (020)/(200), vagyis a deformáció irányával párhuzamos síkseregek diffrakciós profiljainak jellegzetességei, mind a cellafalak (w), mind a cellabelsők (c) esetén. A hipotetikus profiloknak a köbös rács eredeti Bragg pozíciójától való eltolódása a tetragonális torzulás miatt lép fel.



2.6. ábra

A kompozit modellhez tartozó hipotetikus röntgen vonalprofilok. Forrás: [46].

A profilok alatti terület arányos a cellafalak illetve a cellabelsők térfogati arányával. A valóságban mért profil általában a mérési elrendezésnek megfelelő hipotetikus profilok összege. Tehát amikor a (002) reflexiót mérjük, akkor a $(002)_w$ és $(002)_c$ profilok összegét mérjük. Ilyen profilok sematikus képét mutatja a 2.6b. ábra. A fent leírtak miatt ezek a profilok általában aszimmetrikusak.

2.3. Kiértékelési módszerek – vonalprofil analízis

Először az 1970-es évek elején dolgoztak ki a plasztikusan deformált fémek diszlokáció szerkezetének vizsgálatára alkalmas RTG diffrakciós módszert [24, 25, 26]. A módszert azóta sok vizsgálatban használták diszlokáció sűrűség, diszlokáció elrendeződés és belső feszültségek vizsgálatára [22, 26]. Nagy deformációknál az eredeti mérési összeállítást már nem tudjuk használni a reflexiók intenzitásának csökkenése miatt [27]. A forgóanódos röntgengenerátorok megjelenésével lehetővé vált a nagy deformációk vizsgálata is [28]. A szinkrotron források fotonfluxusa alkalmas arra, hogy használatukkal már az anyagok igen kis térfogatát (mikrométeres nagyságrendben) is vizsgálni tudjuk.

A tökéletes egykristályok röntgendiffrakciója során kapott diffrakciós csúcsok deltafüggvényhez hasonlíthatnak. Amennyiben polikristályos illetve képlékenyen alakított anyagokat vizsgálunk, a diffrakciós csúcsok alakja eltér a deltafüggvénytől. Ezen az eltérésen alapul az 1900-as évek második felétől a kristályos anyagok mikroszerkezete ideálistól való eltéréseinek egyik sikeres vizsgálati módszere.

A diffrakciós csúcsok az ideálistól a következő módokon és okokból különbözhetnek:

- eltolódás: belső feszültségek, síkhibák, kémiai inhomogenitás.
- kiszélesedés: kis szemcseméret, mikroszkopikus feszültségek, inhomogén kémiai összetétel.
- aszimmetria: hosszú távú belső feszültségek, síkhibák, vakancia képződés.
- anizotrópia: anizotrop szemcsék, rugalmas állandók anizotrópiája, kristályhibák anizotrop deformációs tere.

A mai nagyfelbontású diffraktométerek instrumentális szélesedése nagyon kicsi, így a mérések jelentős részében elhanyagolhatjuk a mért profilokra gyakorolt hatását.

A kinematikus szóráselmélet szerint a csúcsok kiszélesedését egyrészt a szemcseméret, másrészt a rácsban lévő deformációk okozzák. A Bragg reflexiók

intenzitásprofilja felírható az előbb említett két komponens konvolúciójaként. Ebből következik, hogy az intenzitásprofil Fourier-együtthatói megadhatók a véges szemcsemérettől (S), valamint a deformációtól (D) származó profilok Fourier-együtthatóinak szorzataként:

$$A(L) = A^S(L) A^D(L), \quad (2.5)$$

ahol L a Fourier-hossz:

$$L = na_3 \quad \text{és} \quad a_3 = \frac{\lambda}{2(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)}. \quad N \text{ egész szám, } \lambda \text{ a röntgensugárzás}$$

hullámhossza, θ_1 és θ_2 pedig a szögek, amelyek között a vonalprofilt mértük.

A szemcseméret okozta vonalszélesedés vizsgálatához osszuk fel az anyag szemcséit a diffrakciós vektorral párhuzamos apró oszlopokra. $\langle t \rangle_{area}$ legyen a felülettel súlyozott átlagos oszlophossz, $p(t)dt$ pedig jelölje azoknak az oszlopoknak a számát, amelyek hossza t és $t + dt$ közé esik. Ezek után $A^S(L)$ a következőképpen adható meg:

$$A^S(L) = \frac{1}{\langle t \rangle_{area} L} \int_0^L (t - L) p(t) dt. \quad (2.6)$$

$p(t)$ kifejezhető a szemcseméret eloszlás sűrűségfüggvényével ($h(x)$):

$$p(t) = N \int_0^\infty f(t, x) h(x) dx, \quad (2.7)$$

ahol N normálási tényező, $f(t, x)dt$ azoknak az x átmérőjű szemcsében lévő oszlopoknak a száma, amelyek hossza t és $t+dt$ közé esik.

A deformáció okozta vonalszélesedés felírható a következő módon [29, 30]:

$$A^D = \exp(-2\pi^2 L^2 g^2 \langle \varepsilon_{g \cdot L}^2 \rangle). \quad (2.8)$$

Itt g a diffrakciós vektor abszolút értéke, $\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle$ pedig az átlagos deformáció négyzet.

Amint az a (2.6) és (2.8) egyenletekből látható, izotróp szemcsealak esetén csak a deformáció által okozott szélesedés függ a diffrakciós vektortól. Ezt a különbséget használja ki a Williamson–Hall ábrázolás:

$$\beta = 1/d + \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} g, \quad (2.9)$$

Ahol β a diffrakciós profilok integrális félértékszélessége – a profil alatti terület osztva a profil magasságával – a konstans méret által okozott szélesedés és egy g függő deformáció által okozott szélesedés összege. A (2.9) egyenlet tengelymetszete megadja a térfogattal súlyozott átlagos szemcseméretet, a meredeksége pedig az átlagos deformáció–négyzetet. Az integrális félértékszélesség érzékeny a háttér levonásának jóságára, ezért helyette gyakran a profil félértékszélességét szokták használni.

A rácshibák közül a ponthibák deformációs tere rövid, a diszlokációké viszont hosszú hatótávolságú. Az általuk okozott ráctorzulás a ponthibák esetén a Bragg reflexióktól távol okoz szórást, tulajdonképpen a diffúz hátteret növeli. Ezt nevezzük Huang szórásnak. A diszlokációk deformációs tere viszont a Bragg reflexiók kiszélesedéséhez járul hozzá. E miatt a vonalprofilok kiértékelésénél sok esetben kiindulhatunk abból, hogy a rács torzulását csak a diszlokációk okozzák. Ebben az esetben a deformáció négyzet átlaga a következőképpen adható meg:

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle = (b/2\pi)^2 \rho C f^*(\eta). \quad (2.10)$$

ρ az átlagos diszlokáció sűrűség, b a diszlokációk Burgers vektora és C az úgynevezett diszlokáció kontraszt faktor.

$f^*(\eta)$ a következőképpen adható meg [29]:

ha $\eta \leq 1$:

$$f^*(\eta) = -\ln\eta + \left(\frac{7}{4} - \ln 2\right) + \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} + \frac{2}{\pi} \left(1 - \frac{1}{4\eta^2}\right) \int_0^{\frac{\eta}{V} \arcsin V} \frac{\eta}{V} dV$$

$$- \frac{1}{\pi} \left(\frac{769}{180} \frac{1}{\eta} + \frac{41}{90} \eta + \frac{2}{90} \eta^3\right) \sqrt{1-\eta^2} - \frac{1}{\pi} \left(\frac{11}{12} \frac{1}{\eta^2} + \frac{7}{2} + \frac{1}{3} \eta^2\right) \arcsin \eta + \frac{1}{6} \eta^2$$

és ha $\eta \geq 1$:

$$f^*(\eta) = \frac{512}{90\pi} \frac{1}{\eta} - \left(\frac{11}{24} + \frac{1}{4} \ln 2\eta\right) \frac{1}{\eta^2}, \quad (2.11)$$

ahol $\eta = 0.5 \exp(7/4)(L/R_e)$ és R_e a diszlokációk effektív külső levágási sugara.

R_e segítségével mondhatjuk meg, hogy a diszlokációk által okozott deformáció a diszlokációtól milyen távolságban tekinthető elhanyagolhatóan kicsinek. R_e helyett használhatjuk az $M = R_e \sqrt{\rho}$ diszlokáció elrendeződési paramétert is. M értéke információt ad a diszlokáció-szerkezet dipól jellegéről. Minél erősebb a dipól jelleg, és ezzel a diszlokációk deformáció terének leárnyékoltsága, M annál kisebb lesz [32, 33].

Az elektronmikroszkópos mérésekhez hasonlóan az RTG diffrakció esetében is a vonalprofil kiszélesedése függ a g diffrakciós vektor, a b Burgers vektor és a diszlokáció vonalvektorának egymáshoz viszonyított helyzetétől. Ezt a jelenséget deformációs anizotrópiának nevezzük, és a fenti egyenletben szereplő C kontraszt faktortal vesszük figyelembe. A C faktor értékét minden egyes csúszósíkra és reflexióra numerikus számításokkal tudjuk meghatározni [34]. Polikristályos anyag esetén egy átlagos \bar{C} faktort szokás használni [35]. Köbös kristályszerkezet esetén:

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00} (1 - qH^2), \quad (2.12)$$

ahol \bar{C}_{h00} a diszlokáció kontraszt faktorok átlaga a $h00$ reflexiókra.

$$H^2 = (h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2, \text{ hkl a diffrakciós csúcs indexei.}$$

A q paraméter a rugalmas állandóktól és a szórásban résztvevő térfogatban található diszlokációk típusától függ.

Kis L értékekre a (2.11) egyenlet első két tagját követő tagok elhanyagolhatóak, így $\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle$ megadható a következő módon:

$$\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle \cong (b/2\pi)^2 \pi \rho C \ln(R_c/L). \quad (2.13)$$

A (2.13) alapján a Williamson–Hall módszerrel módosíthatjuk a második tagot. Az így kapott összefüggést módosított Williamson–Hall módszernek hívjuk:

$$\beta = 1/d + \alpha (g^2 C), \quad (2.14)$$

A módosított Williamson–Hall módszer segítségével megtudhatjuk, hogy a rácsorzulást okozó hibákra tett alapfeltelezésünk helyes volt-e.

A (2.5) egyenletbe behelyettesítve (2.6), (2.8) és (2.11)-et egy, a mért profil Fourier együtthatóit leíró fizikai alapokon nyugvó függvényt kapunk. Ennek a függvénynek a paramétereit a teljes profil illesztés (Multiple Whole Profile fitting) nevű eljárással meghatározhatjuk [36]. Az MWP illesztés végeredményeként megkapjuk a kristályszemcsék átlagos méretét, a méret eloszlás függvényét, a diszlokáció sűrűséget és a diszlokáció elrendeződési paramétert.

3. Kutatási eredmények

3.1. Plasztikus deformáció során, szinkrotron mellett in-situ RTG méréssel meghatározott másodrendű fázisátalakulás a diszlokáció struktúrában [S2]

Be szeretnénk tekinteni azokba a mikroszerkezeti folyamatokba, amelyek a képlékeny alakváltozás folyamán a III és IV deformációs szakaszok közötti átmenetben történnek. Különösen a deformációs folyamatokban fontos szerepet játszó diszlokáció-mechanizmusokat vizsgáltuk. A cél elérése érdekében a deformációs vizsgálatot összekötöttük egy in-situ RTG diffrakciós méréssel. Egy speciális goniométerre helyeztünk egy összenyomógépet, és a deformáció közben gyakori mintavétellel nagy felbontású RTG diffrakciós méréseket végeztünk a minta ugyanazon pontján.

3.1.1. A mérési összeállítás

A mérés során egy erre a célra készült kisméretű összenyomógépet használtunk. Az eszköz súlya kb. 10 kg volt. A két 30mm² keresztmetszetű acél pofa 30 kN terhelést képes átvinni a mintára. Az összenyomógépet egy öttengelyű speciális goniométerre helyeztük. Az összenyomógépbe helyezett mintának az a része, melyet az RTG nyaláb ért, a goniométer középpontjába került.

A vizsgált minta Cu egykristály volt. A minta (400) reflexiójának profilját mértük a deformáció függvényében egy helyzetérzékeny proporcionális RTG detektor segítségével. (OED-50 Braun, Munich).

A felhasznált egykristály orientációja [100] volt, így a (400) reflexió mérésekor egy szimmetrikus diffrakciós geometriát használhattunk. Másrészt ez az orientáció ideális többszörös csúszások által végbemenő deformáció létrehozására. A mintának az RTG

nyaláb által ért részét folyamatosan figyeltük egy nagy tárgytávolságú mikroszkóppal. (Questar QM 100). Az összenyomógépet egy x-z asztal közbeiktatásával helyeztük a goniométerre, így a mérésorozat folyamán a mintának mindig ugyanazt a részét tudtuk a goniométer középpontjában tartani.

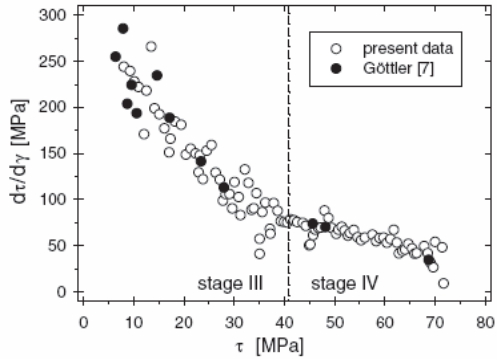
A deformációs sebesség kisebb volt, mint $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Egy-egy profil felvételének ideje 30 – 60 másodperc volt. Ez alatt a deformáció kisebb volt mint 10^{-3} . A kis deformációs sebességet egy szélsőségesen nagy fogaskerék áttétel biztosította. A teljes összenyomási idő kb. 4 óra volt. Ez alatt a maximális deformáció $\epsilon \approx 0,4$. ($\epsilon = \ln(h_0/h)$, h_0 a kezdeti mintahossz, h a deformáció utáni mintahossz.) A teljes deformáció alatt kb. 150 mérést végeztünk. A profilok maximumában a beütésszám 3×10^4 és 10^5 között volt. A detektor jó jel-zaj szintjének és a mérési idők rövideségének köszönhetően a maximum/háttér arány 10^3 és 10^5 között volt. A deformáció növekedésével ez az arány 10^5 -ről 10^3 -ra csökkent.

A méréseket az ELETTRA szinkrotronban végeztük, a SAXS Beamline-nál. A 8keV-os fotonokat egy 57 pólusú permanens mágnes wiggler és egy Si(1-11) kristályokból álló kétkristályos monokromátor szolgáltatta. A monokromátor felbontása $d\lambda/\lambda = 5 \times 10^{-4}$ volt. A monokromátor után a nyalábot egy toroidtükörrel fókuszálták, így a fókuszpontban a nyaláb keresztmetszete $\leq 1,2 \times 10^6 \text{ mm}^2$ lett. A fókuszban a fluxus $5 \times 10^{12} \text{ foton}/(\text{mm}^2 \text{xs})$, a tároló gyűrűben mért 200 mA-es áramerősségnél. A mintától kb. 600 milliméter távolságban elhelyeztünk egy távvezérelhető rést, amely segítségével a nyaláb keresztmetszetét $10 \times 10 \text{ }\mu\text{m}$ -re csökkentettük. Ennek a résnek a szórt sugárzását egy másik, a mintától kb. 200 mm-re lévő réssel csökkentettük le.

A $10 \text{ }\mu\text{m}$ nyalábátmérő, a monokromátor hullámhossz diszperziója, valamint a fókuszálás divergenciája kb. 0,0013 fok szögfelbontást eredményez. (2Θ -ban). A detektor felbontása kb. $80 \text{ }\mu\text{m}$, amely a mintától 450mm távolságra volt. Mindez azt jelenti, hogy a berendezés fizikai felbontása jobb mint 0,01 fok, mely kb. ötször kisebb mint a vizsgált (400) csúcs felértékszerűsége a deformálatlan egykristály mintánál. Így a mérések kiértékelése során nem volt szükséges instrumentális korrekciót végezni.

3.1.2. Eredmények

3.1.2.1. A feszültség és a deformáció kapcsolata az összenyomás alatt



3.1. ábra

A Θ csúsztató rugalmassági modulusz a τ nyírási feszültség függvényében. ($\Theta = \delta\tau/\delta\gamma$) Az üres körök a mérésből származó adatok, a tele körök pedig irodalmi adatokból számolt értékek [S2].

A terhelést és a deformációt számítógép vezérelt érzékelőkkel folyamatosan mértük. A 3.1. ábrán a η csúsztató rugalmassági moduluszt láthatjuk a nyírási feszültség függvényében. ($\eta = \delta\tau/\delta\gamma$)

Az [100] orientációjú egykristály mintára $\Theta = \sigma/M_s$ és $\gamma = \varepsilon M_s$, ahol σ az alkalmazott nyomófeszültség, $M_s = 0,408$ pedig a megfelelő Schmid faktor. (Mecking [5])

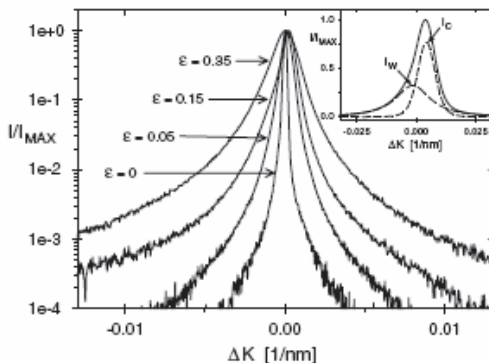
Az 3.1. ábrán látható üres köröket a mérés során felvett feszültség-deformáció görbéből kaptuk.

Az ábra láthatóan két, különböző meredekségű, csökkenő szakaszból áll. A rugalmassági modulus változásában beálló váltás (kb. $\sigma = 40 \pm 2$ MPa-nál) azt jelzi, hogy egy deformációs szakaszból a másikba léptünk át [1, 9, 12, 15, 16, 17, 19]. Az [100] orientációjú egykristályoknál a képlékeny deformáció rögtön a III. szakasz elején elkezdődik [12, 15, 16]. Ez azt jelenti, hogy a $\sigma = 40$ MPa-os érték a III és IV szakasz határának felel meg.

Göttler [10] végzett húzásos méréseket réz [100] egykristályokon, de a fentihez hasonló grafikont nem készített róluk. A tele körök az ő eredményeiből számolt értékeket mutatják. Amint látható, Göttler eredményei jól egyeznek az általunk mért (üres körökkel jelzett) eredményekkel.

3.1.2.2. Az aszimmetrikus diffrakciós profilok kiértékelése

A 3.2. ábrán a különböző nagyságú deformációkhoz tartozó tipikus profilok láthatók. A deformáció növekedésével erős vonalszélesedés lép fel. Emellett a profilokon markáns aszimmetria figyelhető meg. A kis szögekhez tartozó oldalon a profil vége sokkal lassabban csökken. Ez a fajta aszimmetria a képlékenyen deformált réz egykristályoknál a heterogén diszlokáció szerkezet kialakulásának köszönhető [11, 22, 20, 37, 38]. Az itt megfigyelhető aszimmetria a hosszú távú belső feszültségek fellépésének jele, mely összhangban van a diszlokációs cellaszerkezetek kompozit modelljével [11, 20, 22, 37]. A kemény, relatívan nagyobb diszlokáció sűrűségű cellafalak és a puhább, relatívan kisebb diszlokáció sűrűségű cellabelsők a váltakozva ellentétes irányú hosszú távú belső feszültségek hatása alatt vannak. A belső feszültségeknek ez a térbeli váltakozása a réz köbös rácsszerkezetébe egy térben változó tetragonális torzulást visz. A RTG profilok aszimmetriája ennek a rácsszerkezet-változásnak a megnyilvánulása.



3.2. ábra

Különböző nagyságú deformációkhoz tartozó tipikus profilok. A kiszélesedés és az aszimmetria mértéke a deformáció nagyságával növekszik [S2].

3.1.2.3. Az RTG diffrakciós adatok kiértékelése

A csúcs aszimmetriáját több módszerrel értékelhetjük ki: egyszerű tükrözéssel módszerrel [20], az első néhány komplex Fourier együttható felhasználásával [39], vagy a csúcsok szélei aszimptotikus viselkedésének segítségével [40].

Mi egy stabilabb és elméletileg is jól megalapozott, a diszlokációs cellaszerkezet kompozit modelljén [41] és a diszlokációkat tartalmazó kristály teljes profiljának leírásán [29, 30] alapuló módszert használtunk.

Az intenzitás cellabelsőkhöz és a cellafalakhoz tartozó alcsúcsainak az egész csúcs súlypontjához képesti eltolódásait jelöljük S_c és S_w -vel. S_B a csúcs súlypontjához, egyben a Bragg pozícióhoz tartozó érték.

A diszlokáció cellaszerkezet kompozit modell megköveteli hogy [41]:

$$fS_w + (1-f)S_c = 0, \quad (3.1)$$

ahol f és $(1-f)$ a cellafalak és a cellabelsők térfogati hányadai. A mért profil Fourier összetevői $A(L)$ a szimmetrikus alcsúcsok Fourier összetevőinek $(A_w(L), A_c(L))$ súlyozott összegei [30, 41]:

$$A(L) = fA_w(L) + (1-f)A_c(L) \quad (3.2)$$

Wilkens megmutatta, hogy diszlokációkat tartalmazó kristályokban az alcsúcsok Fourier együtthatóit a következőképpen írhatjuk [29, 30]:

$$A_j(L) = \exp(-\rho_j C_j L^2 \varphi(L/R_j) - i S_j L) \quad (3.3)$$

Ahol j lehet w ill. c , ρ_j a diszlokáció sűrűség, C_j a diszlokációk kontraszt faktora [29], L a Fourier paraméter, φ a Wilkens függvény (Lásd Eqs. (A.6)–(A.8) in [29]), R_j a lokális régióban (fal illetve cellabelső) értelmezett a külső levágási sugár.

Az átlagos kristályhoz tartozó profil Fourier együtthatói:

$$A(L) = \exp(-\rho C L^2 \varphi(L/R_e)) \quad (3.4)$$

Ahol ρ , C és R_e a diszlokáció sűrűség, a kontraszt faktor és a külső levágási sugár átlagos értékei.

A lokális és az átlagos értékek között a következő összefüggések írhatók fel [30, 41]:

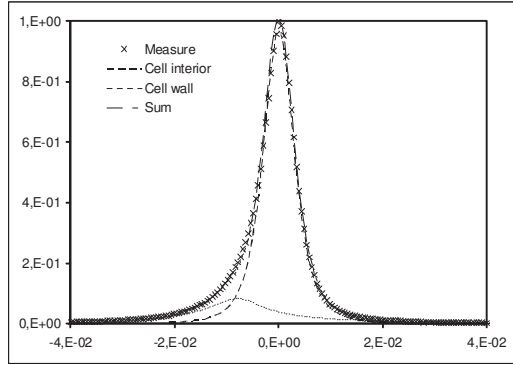
$$\rho = f\rho_w + (1-f)\rho_c \quad (3.5a)$$

$$C = f C_w + (1-f) C_c \quad (3.5b)$$

$$\ln R_e = f (\rho_w/\rho) \ln R_w + (1-f) (\rho_c/\rho) \ln R_c \quad (3.5c)$$

R_e , R_w és R_c helyett fizikailag helyénvalóbb a Wilkens által definiált [31] dimenziótlan M paraméter használata.

$$M = R_e \sqrt{\rho}, \quad M_c = R_c \sqrt{\rho_c}, \quad M_w = R_w \sqrt{\rho_w} \quad (3.6)$$



3.3. ábra

Egy tipikus aszimmetrikus profil szétválasztása két szimmetrikusra.

Az M paraméter a diszlokáció elrendeződés dipól jellegének erősségét mutatja. Ha M kicsi, akkor a diszlokáció elrendeződés dipól karaktere – ezzel a deformáció tér leárnýékoltsága – nagy, míg ha M nagy, akkor a dipól karakter és a leárnýékoltság kicsi [29, 31, 33].

A fenti egyenleteket illesztéses módszerrel oldottuk meg. A komplex Fourier együththatókra a legkisebb négyzetek módszerével illesztettük a $\varphi(L/Rj)$ elméleti függvényeket.

A 3.3. ábra egy tipikus aszimmetrikus profil szétválasztását láthatjuk a cellafalakhoz és a cellabelsőkhöz tartozó szimmetrikus profilokra, melyekre az illesztést végeztük.

A cellafalakban és a cellabelsőkben ható feszültségeket jelöljük τ_w és τ_c -vel. A diszlokációs cellaszerkezet kompozit modelljével összhangban ezekre a feszültségekre a következő összefüggést írhatjuk fel [11, 20, 37]:

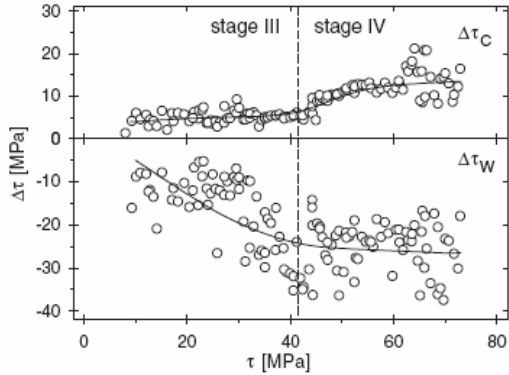
$$\tau = f\tau_w + (1-f)\tau_c \quad (3.7)$$

τ_w -t és τ_c -t írhatjuk a következőképpen is:

$\tau_w = \tau + \Delta \tau_w$, és $\tau_c = \tau + \Delta \tau_c$, ahol $\Delta \tau_w$, és $\Delta \tau_c$ a cellafalak és cellabelsők határán fellépő feszültségkülönbségekből származnak.

Ezeket a feszültségeket az S_j profileltolódásokból a következőképpen kapjuk:

$\Delta \tau_w = M_S E_{001} (1/\nu) (S_w/S_B)$ és $\Delta \tau_c = M_S E_{001} (1/\nu) (S_C/S_B)$, ahol $M_S = 0,408$, a Schmid faktor, $E_{001} = 67\text{GPa}$, a Young modulus, $\nu = 0,402$, a Poisson szám Cu-ban a $[100]$ irányban [20, 22]. $\Delta \tau_w$, és $\Delta \tau_c$ a mérésorozatból kapott értékeit láthatjuk a 3.4. ábrán.



3.4. ábra

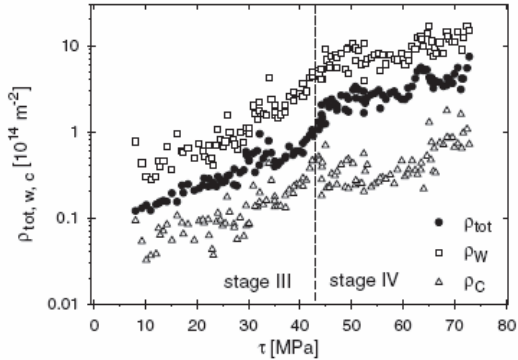
A belső feszültség értékei a cellafalakban ($\Delta \tau_w$) és a cellabelsőkben ($\Delta \tau_c$) a nyírási feszültség függvényében [S2].

A mérési pontokra húzott folytonos vonal csupán a tendenciák szemléltetésére szolgál.

$\Delta \tau_w$ mindig negatív, mivel a keményebb cellafalakban a belső feszültség az alkalmazott külső feszültséggel egy egyenesbe esik, de azzal ellentétes irányú. $\Delta \tau_w$ és $\Delta \tau_c$ abszolút értéke τ -val növekszik, $\Delta \tau_w$ kezdetben gyorsabban.

3.1.2.4. A diszlokáció szerkezet

A 3.5. ábrán láthatjuk az átlagos és a helyi diszlokáció sűrűségeket a nyírófeszültség függvényében. Mindhárom érték kb. másfél nagyságrendes növekedést mutat az egész deformáció végére.

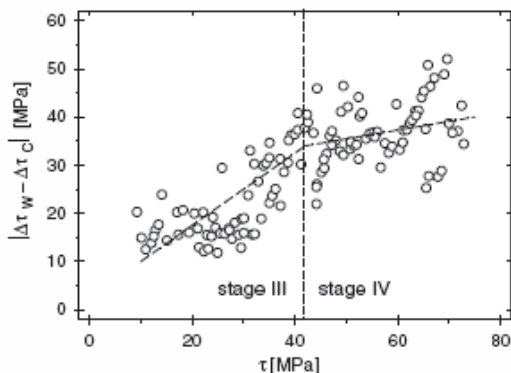


3.5. ábra

Az átlagos diszlokáció sűrűség (tele körök), a cellafalakban lévő diszlokáció sűrűség (üres négyzetek) és a cellabelsők diszlokáció sűrűsége (üres háromszögek) a nyírási feszültség függvényében [S2].

Szignifikáns különbségek figyelhetők meg a három ρ érték között. Ezek a különbségek a mérési hibát figyelembe véve is jelentősek. (A mérés hibája a fenti ábrán kb. a jelölések méretének kétszerese.)

A mérés alapján megállapíthatjuk, hogy a IV szakaszban a cellafalak diszlokáció sűrűsége nagyobb ütemben növekszik, mint a cellabelsőké. Ezek az eredmények összhangban vannak a IV szakaszban történő alakítási keményedés modelljeivel [42, 43]. Ezen modellek szerint ρ_c egy relatívan alacsony deformációnál elér egy telítési értéket, míg ρ_w tovább növekszik.

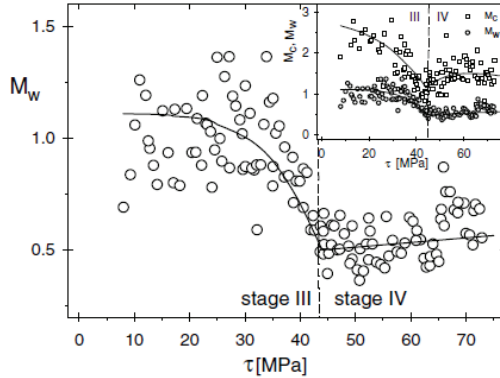


3.6. ábra

A cellabelső és a cellafal között ható teljes belső feszültség
($|\Delta \tau_w - \Delta \tau_c|$) τ függvényébe [S2].

Az 3.6. ábrán a cellabelső és a cellafal között ható teljes belső feszültséget – mely a $\Delta \tau_w$ és $\Delta \tau_c$ közötti különbség abszolút értéke ($|\Delta \tau_w - \Delta \tau_c|$) – láthatjuk a τ függvényében.

Annak ellenére, hogy az adatok jelentős szórással bírnak, $|\Delta \tau_w - \Delta \tau_c|$ növekedését figyelhetjük meg τ függvényében. A szaggatott vonal a $\tau = 42$ MPa – amely a III és IV szakasz határa – alatti, illetve feletti tartományra illesztett egyenes. A 3.7. ábrán a diszlokáció elrendeződési paraméterek cellafalakhoz (M_w) és cellabelsőkhöz (M_c) tartozó értékeit láthatjuk τ függvényében. A kis ábrán látható hogy M_w mindig kisebb mint M_c . A IV szakasz kezdetéig mind a cellafalakhoz, mind a cellabelsőkhöz tartozó M értékek csökkennek. A IV szakaszban M_w közel állandó marad, M_c pedig elkezdd növekedni.



3.7. ábra:

A diszlokáció-elrendeződési paraméterek τ függvényében [S2].

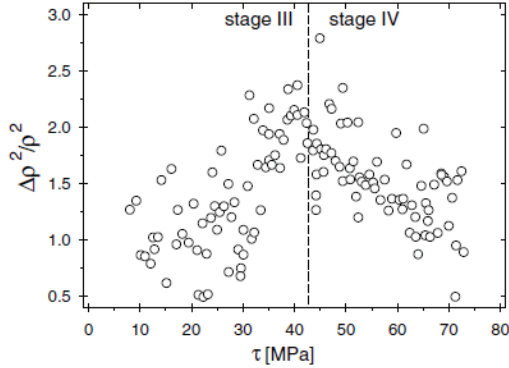
A diszlokáció sűrűség négyzetes fluktuációjának definíciója [39, 40]:

$$\Delta \rho^2 = \langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2. \quad (3.8)$$

A zárójelek átlagolást jelölnek. Felhasználva, hogy a diszlokációk cellafalakba és cellabelsőkbe rendeződnek, a (3.5a) felhasználásával (3.8) a következő formába írható:

$$\Delta\rho^2/\rho^2 = f(1-f)(\rho_w - \rho_c)^2/\rho^2 \quad (3.9)$$

A 3.8. ábrán $\Delta\rho^2/\rho^2$ látható τ függvényében.



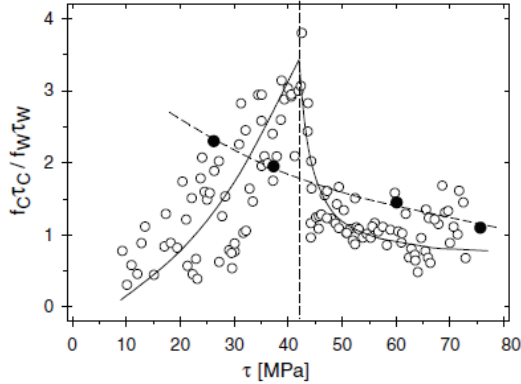
3.8. ábra

A diszlokáció sűrűség négyzetes fluktuációja – $\Delta\rho^2/\rho^2$ – a csúsztatófeszültség függvényében [S2].

A III és IV szakasz határán $\Delta\rho^2/\rho^2$ egy nagyon markáns maximummal rendelkezik. Megjegyezzük, hogy Székely és társai [45] hasonló eredményre jutottak egy nem in-situ mérésorozat során, azonos orientációjú Cu egykristályokat vizsgálva, igaz a deformáció szakaszaihoz való hozzárendelés különbözik.

A kompozit modell szerint az alkalmazott feszültség a (3.7) egyenlet szerint oszlik meg a cellafalak és a cellabelsők között. A két feszültség arányát vizsgálhatjuk meg a

3.9. ábra segítségével, ahol $f_c \tau_c / f_w \tau_w - t$ ábrázoltuk τ függvényében. Az ábrán tele körökkel jelöltük egy korábbi vizsgálat eredményeit [20].



3.9. ábra

$f_c \tau_c / f_w \tau_w$, a csúsztatófeszültség függvényében [S2].

A folytonos és a szaggatott vonal a jelenlegi és a korábbi mérés tendenciáját mutatják. A korábbi mérés során kapott adatok a jelenlegi mérés szórásán belül maradnak, de segítségükkel egy monoton csökkenő viselkedésre lehet következtetni. Az in-situ mérés eredményeiből viszont kiderül, hogy $f_c \tau_c / f_w \tau_w$ a III és IV szakasz határáig – kb. 40 MPa – növekszik, majd e fölött a feszültségérték fölött csökken, végül egységnyi értéken állandósul.

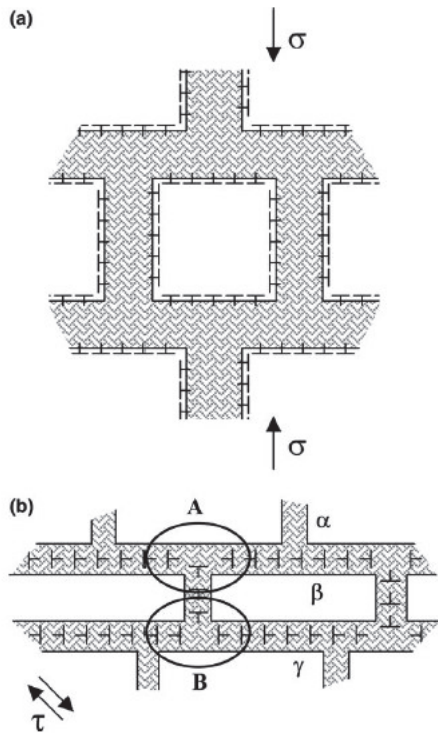
3.1.3. Következtetések

A cellafalakra vonatkozó diszlokáció elrendeződési paraméter a 3.7. ábrán úgy viselkedik, mint egy másodrendű fázisátalakulás állapotjelzője [44]. M_{10} értéke 40 MPa–ig (tehát a III szakaszban) folyamatosan csökken, majd a további deformáció során a IV szakaszban majdnem állandó marad. Ezzel párhuzamosan $\tau = 40\text{MPa}$ –nál a diszlokáció sűrűség fluktuációjának maximuma van (3.8. ábra). Amint a 3.6. ábrán látható, $\Delta \tau_{10}$ – $\Delta \tau_{\parallel}$ meredeksége is ennél a kitüntetett pontnál változik meg. Ezek a mérési eredmények egy a diszlokáció szerkezetben bekövetkező másodrendű fázisátalakulást jeleznek. A szóban forgó másodrendű fázisátalakulás a cellafalakban történik a III szakaszból a IV szakaszba történő átmenet közben.

A mérési eredmények alapján a diszlokáció elrendeződésre egy modellt állítottunk fel, melyet a következőkben ismertetek. A III szakaszban a vékony cellafalak diszlokáció–dipólokból állnak. Ennek a szerkezetnek a sematikus képét láthatjuk a 3.10a. ábrán. A cellafalakat a sátrózott területek jelölik. A deformáció során a diszlokációk a cellabelsőkben tovább tudnak haladni, a cellabelsők és a cellafalak határán viszont feltorlódnak. A különböző csúszási rendszerekhez tartozó diszlokációk a cellafalakhoz érve egy eredő diszlokációba egyesülnek. Az ilyen módon létrejött cellafalakat az irodalomban polarizált dipól falnak (Polarized Dipole Wall – PDW) nevezik. Ez a folyamat megegyezik a Mughrabi által bevezetett kompozit modell leírásában található folyamattal [11, 20]. Ez a 3.10a. ábrán szemléltetett szerkezet ez egész anyagra jellemző.

Az általunk feltételezett modell szerint a III és IV szakasz közötti átmenetben a PDW struktúra átalakul, és létrejönnek az ún. polarizált kisszőgű falak (Polarized Tilt Wall – PTW). A PTW szerkezetben, amely a IV szakaszra a leginkább jellemző, a PDW struktúra keskeny kisszőgű falakká alakul át, amelyek elnyújtott cellabelsőket határolnak. A PTW szerkezetben az ideális kristályhoz képesti rácsstorzulás mértéke a PDW–hez képest csökken. A cellabelsők felől érkező mozgó diszlokációk olyan

diszlokációkba egyesülnek, amelyek növelik a rács orientációjától való eltérésének nagyságát.



3.10. ábra

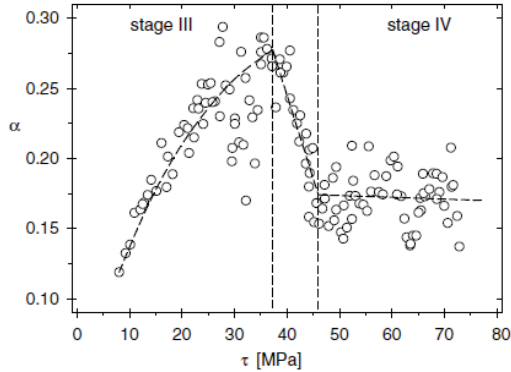
A III (a.) és a IV (b.) szakaszban jellemző cellaszerkezetek
schematikus rajza [S2].

A szomszédos cellák általában felváltva elforgatottá válnak [14, 47], mivel a cellafalakban a diszlokációk elrendeződése hasonlóvá válik a kisszőgű szemcsehatárokhoz (3.10b. ábra). Ez az oka annak, hogy a IV szakaszban a deformáció hatására új szemcsék képződnek (Fragmentáció). Az α , β illetve γ -val jelzett cellabelsőket az őket elválasztó cellafalak felváltva döntik ellentétes irányokba. Mindemellett ez a diszlokáció elrendeződés nem valósít meg globális szimmetriát, mint a III szakasznál ismertetett elrendeződés. Az A-val és B-vel jelölt helyeken a szimmetria felbomlik. A szimmetria megszűnése akkor következik be, mikor két elnyújtott cellafal egyesül [11, 17, 47]. A cellafalaknak ez a hármas kapcsolódási pontja a nagy deformációk által létrehozott cellaszerkezetekben gyakran előfordul [12, 13, 14, 15, 47].

A folyási feszültség Taylor-féle modelljében a diszlokáció sűrűség és a τ csúsztatófeszültség kapcsolata:

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho}, \quad (3.10)$$

ahol α egy 10^{-1} nagyságrendű dimenzió nélküli paraméter, G pedig a nyírási modulus. Az α paraméter értéke a diszlokáció-elrendeződéstől és a diszlokációk közötti kölcsönhatásoktól – tehát a deformáció folyamatának mikroszerkezeti tényezőitől – függ. Az α paraméter τ szerinti változását láthatjuk a 3.11. ábrán. Amint látható, α a III szakaszban monoton nő, majd a III és IV szakasz közötti átmenetben hirtelen lecsökken. A IV szakaszban alacsony értéken állandó marad. Érdeemes megjegyezni, hogy az α paramétert illetően a III és IV szakasz közötti átmenet nem hirtelen történik, mint ahogyan a 3.7 – 3.9 ábrákon látható, hanem a 37 és 46 MPa közötti tartományban zajlik le. A paraméter viselkedése tükrözi a diszlokáció szerkezet átalakulását a PDW struktúrából a PTW struktúrába. A PDW struktúrában a diszlokációk deformációs terének árnyékoltsága gyenge, ellenben a PTW struktúrában a vékony diszlokáció falakban található nagy diszlokáció sűrűség nagyon hatásosan le van árnyékolva [48].



3.11. ábra

A Taylor-összefüggésben használt α paraméter az alkalmazott csúszatófeszültség függvényében. A III szakaszból a IV-be történő átmenet itt egy – a 37 és 46 MPa közötti – intervallumban megy végbe, ellentétben a 3.7 – 3.9 ábrákon látható éles átmenetekkel [S2].

A felvázolt modellel magyarázható az M_w paraméter viselkedése is, amely az átalakuláshoz tartozó τ értéknél lecsökken. A diszlokáció sűrűség négyzetes fluktuációjának (3.8. ábra) és a belső feszültségek arányának (3.9. ábra) maximuma is alátámasztja a modell helyességét. A jelenség analógiát mutat a másodrendű fázisátalakulásoknál a termodinamikai állapotjelzők második deriváltjában fellépő maximummal, például ilyen a mágneses permeabilitás a mágneses állapotváltozásoknál.

Az M_w paraméter a deformáció kezdetén viszonylag nagy (3.7. ábra). Ebből arra következtethetünk, hogy a diszlokációk térbeli eloszlása véletlenszerű. A III szakaszban mindkét M paraméter értéke csökken a deformációval, jelezve, hogy a diszlokációk dipól karaktere – és így a deformáció terük árnyékoltasága – növekszik. A IV szakasz

folymán M_w értéke viszonylag alacsony szinten állandó marad, míg M_c újra növekedni kezd a deformációval. A teljes folyamat során M_w viselkedése felel meg egy másodrendű fázisátalakulás állapotjelzőjének.

Az M paraméter fent leírt viselkedése megfigyelhető polikristályos réz deformációja során is [48].

A III és IV szakasz közötti átmenetben lezajló strukturális változások összefüggésbe hozhatók a kristályok képlékeny alakítása közben lezajló fragmentációval is. A IV szakaszba való belépéskor a PDW szerkezet összeomlik, és a helyébe lépő sűrűbb PTW szerkezet kisszögű szemcsehatárokat alakít ki. További deformáció hatására a IV szakaszban a kisszögű szemcsehatárok nagyszögű szemcsehatárokká tudnak alakulni, ahogyan azt TEM vizsgálatokkal már igazolták [13, 14, 15, 16, 47].

3.1.4. Összefoglalás

[001] orientációjú Cu egykristályon végeztünk RTG vonalprofil méréseket összenyomás közben. A vizsgálat során kapott mérési eredmények azt mutatják, hogy Cu egykristály mintákban a III és IV deformációs szakasz közötti átmenet folyamán a diszlokáció szerkezetben egy másodrendű fázisátalakulás megy végbe. A diszlokáció sűrűség négyzetes fluktuációja és a súlyozott belső feszültségek aránya maximumon megy át az alkalmazott feszültség függvényében. A megfigyelt folyamat hasonló például a mágneses permeabilitás viselkedéséhez egy mágneses fázisátalakulás során. A vizsgálat megmutatta, hogy a cellafalakra vonatkozó M diszlokáció elrendeződési paraméter állapotjelzőként viselkedik a cellafalakban lejátszódó másodrendű fázisátalakulásban.

Bevezettünk egy mikroszkopikus diszlokáció modellt, amely jól leírja a mérés során megfigyelt jelenségeket és az új szemcsék fejlődését a képlékeny deformáció közben.

3.2. Hengerelt és csavart Ni polikristály vizsgálata szinkrotron mellett [S1]

Különböző mértékű deformációknak alávetett Ni mintákon végeztünk mikronyalábos RTG méréseket a trieszti Elettra Szinkrotronban (Sincrotrone Elettra, Trieste) a Small Angle X-ray Scattering (SAXS) beamline-nál. Ezzel párhuzamosan normál nyalábmérettel is végeztünk RTG méréseket, valamint elektromos ellenállás mérésekkel is vizsgáltuk a mintákat. Így ellenőrizni tudtuk a lokális módszer globálissal való megfeleltethetőségét.

A mérési összeállítás lehetővé tette, hogy a vizsgált anyagrész térbeli nagysága néhány tíz mikrométerre korlátozódjon.

3.2.1. A mérési összeállítás

3.2.1.1. A minták

RTG méréseket kétféle módszerrel deformált mintákon végeztünk.

A mikronyalábos vizsgálathoz 99,998% tisztaságú Ni-t vettünk alapanyagul. Szikraforgácsolással téglalap alakú 15x15 mm-es felületű, 2,2 – 15 mm vastagságú mintákat készítettünk. Egy előhengerelés után ($\epsilon=0,02$) a minták egy 10 órás temperáláson estek át 1220K-es hőmérsékleten, nagy vákuumban. Ez az eljárás egy viszonylag nagy (~400 μm) szemcseméretet eredményezett. Ezután a mintákat szobahőmérsékleten hengereltük $\epsilon=0,11$ és $\epsilon=1,96$ között. $\Delta\epsilon=0,1$ -es lépésekben – $\epsilon = \ln(d_0/d)$, d_0 és d a kezdeti és a végső mintavastagságot jelenti.

A mérések előtt a felületi réteget (~50 μm) elektrolízissel eltávolítottuk.

A hagyományos RTG vizsgálatokhoz az előzővel azonos alapanyagból próbatesteket alakítottunk ki csavarásos deformációhoz (8,5 mm átmérő, 96 mm hossz). Nagy

vákuumban, 933K-es hőmérsékleten temperáltuk őket 10 órán keresztül. Ez az eljárás átlagosan kb. 200 μm -es szemcseméretet eredményezett.

A deformáció szobahőmérsékleten történt $\gamma=0.007\text{ s}^{-1}$ deformációs sebességgel. A mintákat a deformáció tengelyéhez képest 45 fokban vágtuk el, így kisebb deformáció gradienst kaptunk. A mérés előtt elektrolízissel szintén eltávolítottunk egy kb. 50 μm -es felületi réteget.

A maradó ellenállás mérés elvégzéséhez a csavart mintákból 30x3x0,5 mm-es darabokat vágunk ki. A minták hosszabbik éle párhuzamos a csavarás tengelyével, a rövidebb pedig a henger átmérőjével. A mérés előtt elektrolízissel szintén eltávolítottunk egy kb. 50 μm -es felületi réteget.

3.2.1.2. Az RTG mérések

A méréseket a 3.1 pontban már ismertetett mérési helyen végeztük. (Elettra, SAXS Beamline)

A nyaláb keresztmetszetét a mintától kb. 1000 milliméter távolságban elhelyezett állítható rés segítségével lecsökkentettük. A mintát egy távvezérelhető x–y–z asztalra helyeztük, melyet egy háromkörös goniométer középpontjában rögzítettünk. A goniométer középpontja kb. 400 mm távolságra volt a réstől. A nyaláb pozíciója RTG érzékeny papírral lett beállítva. Ezek után egy jelölő lézer nyaláb és egy CCD kamerával felszerelt nagy fókusz távolságú mikroszkóp segítségével kontrollálni tudtuk a minta RTG nyalábhoz képesti helyzetét.

A (200) és (311) diffrakciós profilokat rögzítettük egy pozíció érzékeny detektorral. (PSD–50M, Braun, Munich). A detektor térbeli felbontása 80 μm . A résig az RTG nyaláb vákuumban volt vezetve, hogy minimalizáljuk a levegő szórását.

A hengerelt mintáknál szemcsehatártól szemcsehatárig végeztünk méréseket 50 μm -es lépésközzel. A nyaláb átmérője a mintán 40 x 40 μm^2 volt. A csavart mintákat az átlójuk mentén 500 μm -es lépésközzel pásztáztuk végig. Ebben az esetben a nyaláb átmérője 300 x 300 μm^2 volt.

3.2.1.3. Maradó ellenállás mérés

A mintákat a hagyományos négykábeles elrendezésben vizsgáltuk folyékony hélium hőmérsékleten. A mintatartó alumínium bevonatú rugós csatlakozókkal volt felszerelve. A mérések reprodukálhatósága a minta újbóli behelyezése után nagyon jó – ezrelékes nagyságrendű. Hevertetés után a méréseket megismételtük mind szobahőmérsékleten, mind folyékony héliumban.

A rács hibák okozta ellenállás növekedés értékét elosztva egy speciális diszlokáció ellenállással (R), a diszlokáció sűrűség meghatározható. R értéke Ni-re $2,8 \times 10^{-25} \Omega \text{m}^{-3}$. Korábbi izokrón hevertetési mérésekből [49] ismert, hogy a deformáció során létrejött hibák által generált ellenállás kb. 20%-a a vakanciáknak tulajdonítható. A számításokban ezt is figyelembe vettük.

3.2.2. A kiértékelési eljárás

Amennyiben egy nagy kristály diszlokációkat tartalmaz, az RTG vonalprofil Fourier együtthatóinak valós része a következő formula szerint írható föl:

$$\ln |A(n)| = -\rho^* n^2 \ln\left(\frac{R_e}{n}\right) + Q^* n^4 \ln\left(\frac{R_2}{n}\right) \ln\left(\frac{R_3}{n}\right) \pm O(n^6), \quad (3.11)$$

Ahol:

ρ^* a látszólagos diszlokáció sűrűség, amelyet a profilszélesedésből közvetlenül kapunk, nem tekintve a diszlokációk típusát, és a Burgers vektoruknak, valamint a vonalvektoruknak a diffrakciós vektorhoz mért helyzetét.

Q^* a legegyszerűbb esetben a diszlokáció sűrűség fluktuációjaként fogható fel.

R_e a diszlokációk külső levágási sugara.

R_2 és R_3 segéd konstansok

N a Fourier paraméter [41].

Az n^6 és magasabb rendű komponenseket elhanyagolhatjuk [39].

Az (3.11) egyenlet második tagját a továbbiakban nem fogjuk felhasználni.

A valós diszlokáció sűrűséget a látszólagosból a következő összefüggés alapján tudjuk kiszámolni: [39, 41, 50]

$$\rho^* = \rho \frac{\pi \mathbf{g}^2 \mathbf{b}^2 \overline{C}}{2} \quad (3.12)$$

Ahol C az átlagos kontraszt faktor, b a Burgers vektor, g pedig a diszlokáció vonalvektora.

A diszlokáció szerkezet egy másik fontos paramétere a külső levágási sugár. Ezzel jellemezzük egy diszlokáció elrendeződés deformáció terét. A diszlokáció által tárolt energiát is R_e segítségével tudjuk meghatározni. [50]

$$E^{stor} = A \mu \mathbf{b}^2 \rho \ln \frac{R_e}{r_0} \quad (3.13)$$

Ahol $A = 1/4\pi$ vagy $1/4\pi(1-\nu)$, csavar, illetve éldiszlokációk esetén. (ν a Poisson szám) μ a nyírási modulus, r_0 a belső levágási sugár, R_e pedig a diszlokációk átlagos $\sqrt{\rho}$ távolságával függ össze [50].

$$M = R_e \sqrt{\rho} \quad (3.14)$$

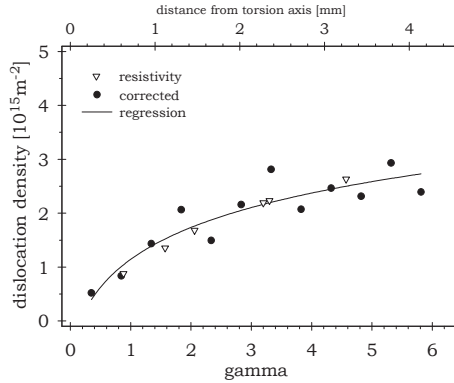
Ahol M a diszlokációk elrendeződési paramétere.

Ha a diszlokáció elrendeződésre gyenge kölcsönös árnyékolás jellemző, akkor M magas, míg ellenkező esetben alacsony értékű lesz. [32, 33]. A hosszú távú belső feszültségek azért keletkeznek, mert a maradó deformáció hatására a diszlokációk magas diszlokáció sűrűségű cellafalakba, és a falakhoz képest alacsony diszlokáció sűrűségű cellabelsőkre rendeződnek.

Ez két különböző feszültség értékhez vezet, ($\Delta\sigma_w$ és $\Delta\sigma_c$), amelyeknek a térfogati arányukkal súlyozva Mughrabi és munkatársai "kompozit modell"-je szerint egyensúlyban vannak egymással. [11, 22] A végeredmény egy aszimmetrikus RTG

profil lesz, amely aszimmetriája a cellabelsőtől és a cellafaltól származó, egymáshoz képest eltolt alprofil összegéből adódik. Hook törvényét felhasználva a lokális $\Delta\sigma_n$ és $\Delta\sigma_c$ feszültségek kiszámíthatóak az alprofilok eltolódásából, majd ebből megkaphatjuk a hosszú távú belső feszültségeket [22, 27].

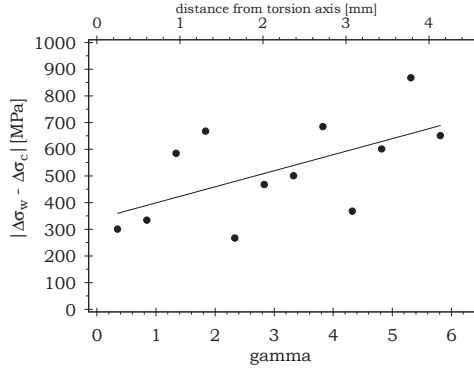
3.2.3. Eredmények



3.12. ábra

A diszlokáció sűrűség a deformáció függvényében. A telepontok az RTG mérésekhez tartozó adatok. A háromszögek az elektromos ellenállás mérés eredményei. A két módszer közötti egyezést szemléltető folytonos vonalat az RTG mérések adataira illesztettük [S1].

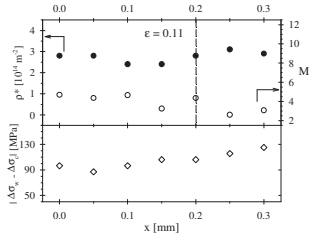
A 3.12. ábra a diszlokáció sűrűséget mutatja a deformáció függvényében. Az ábrán szerepel a kétféle RTG és az elektromos ellenállás mérések eredménye.



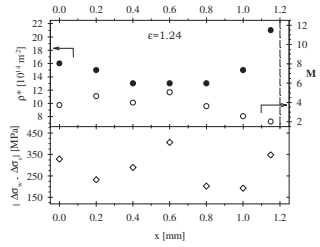
3.13. ábra

A belső feszültségek a deformáció, illetve a forgási tengelytől való távolság függvényében [S1].

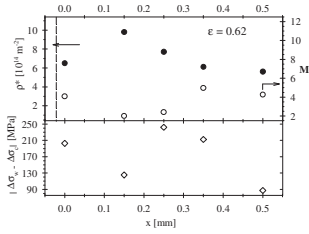
Az 3.13. ábrán a maradó feszültséget láthatjuk a nyírási deformáció, illetve a tengelytől való távolság függvényében. A 3.14a–e. ábrákon öt méréssorozat látható, amely egy–egy szemcse szkenneléséből származik. Az ábrázolt adatok: ρ^* : látszólagos diszlokáció sűrűség, M : elrendeződési paraméter, $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$: hosszú távú belső feszültségek. Az ábrák öt tipikus deformációs állapotban készültek. a.: $\varepsilon = 0,11$; kis deformáció, b.: $\varepsilon = 0,62$ a III és IV szakasz közötti átalakulás kezdete, c.: $\varepsilon = 0,91$ a IV szakasz eleje, d.: $\varepsilon = 1,24$ és e.: $\varepsilon = 1,47$, a IV szakaszban.



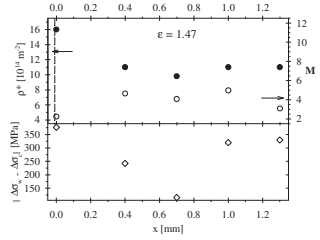
a.)



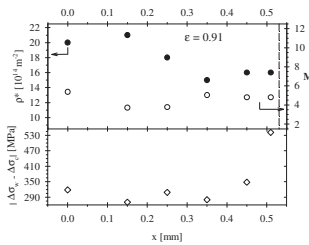
d.)



b.)



e.)



c.)

3.14a–e. ábra

A ρ^* látszólagos diszlokáció sűrűség,

az M elrendeződési paraméter

és a $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_l|$ hosszútávú belső

feszültségek egy hidegen hengerelt

minta egyik szemcséjében.

Az alkalmazott deformáció:

a.): $\varepsilon = 0,11$, b.): $\varepsilon = 0,6$, c.): $\varepsilon =$

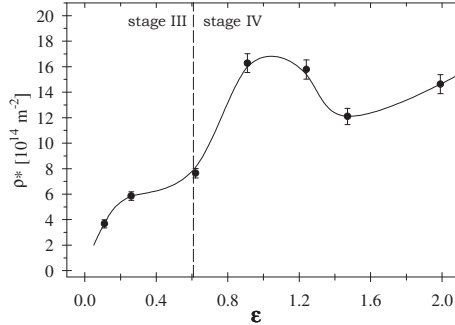
0,9d.): $\varepsilon = 1,24$ e.): $\varepsilon = 1,47$ [SI].

A 3.14a. ábrán $\varepsilon = 0,11$ -nél látható, hogy mindhárom paraméter (ρ^* , M és $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_l|$) eloszlása homogén a mért útvonalon.

$\varepsilon = 0,62$ -nél (3.14b.), a III és IV szakasz közötti átmenetben, mindhárom paraméterben erős ingadozást figyelhetünk meg. Ezek a fluktuációk erősen összefüggnek egymással. $x = 0,15\text{mm}$ -nél ρ^* -nak maximuma, M -nek és $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ -nek pedig minimuma van.

$\varepsilon = 0,91$ -nél a fluktuációk még nagyobbak lesznek.

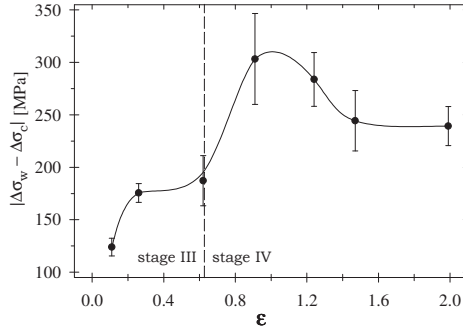
$\varepsilon = 1,24$ -nél ρ^* -nak maximuma, $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ -nek minimuma van $x = 0,6\text{mm}$ -nél. M nagyjából állandó marad a hely függvényében.



3.15. ábra

A látszólagos diszlokáció sűrűség a deformáció függvényében. A hibajelölők a szemcsén belüli mérések fluktuációját jelzik [S1].

A 3.15. és 3.16. ábrán ρ^* és $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ átlagait láthatjuk ε függvényében. Ábrázoltuk a szemcsén belül mért fluktuációkat is.



3.16. ábra

A belső feszültségek változása a deformáció függvényében.

Itt is megfigyelhető a IV szakaszban a fluktuációk növekedése [S1].

3.2.4. Következtetések

3.2.4.1. A deformáció függvényében mért RTG és ellenállásmérések eredményeinek összehasonlítása

A 3.12. ábrán látható látszólagos diszlokáció sűrűség, ρ^* , a valódi diszlokáció sűrűség, ρ , és az ellenállásmérésből számolt diszlokáció sűrűség a nyírási deformáció γ és a csavarás tengelyétől mért távolság függvényében. A ρ ρ^* -ból történő kiszámításához a (3.12) egyenletet használtuk, melyhez az átlagos kontraszt faktort a [28, 51] cikkekben leírtak szerint számoltuk ki.

A Burgers vektorok orientációjának a diffrakciós vektorhoz viszonyított eloszlása a PDW-ből PTW-be való átalakulás modellje szerint lett figyelembe véve. [28, 52].

A módszert igazolják az elektromos ellenállás mérésből származó diszlokáció sűrűség értékekkel való mennyiségi egyezések, eltekintve a fluktuációtól. Ez a fluktuáció onnan származik, hogy az anyag nem homogén, szemcsékből áll, és nem lehet homogén módon deformálni a mérési út mentén. Az eredmények szerint a cellafalak átalakulására felállított modell alkalmas az erősen deformált Ni viselkedésének leírására, ahol ez a változás a III és IV deformációs szakasz határán lép fel, $\gamma \cong 1.8$ -nál.

3.2.4.2. A diszlokáció-struktúra fejlődése a szemcsén belül

A 3.15. és 3.16. ábrán látható a látszólagos diszlokáció sűrűség és a belső feszültségek értéke. Először ρ^* gyorsan növekszik kb. $\varepsilon = 0.3$ -ig, majd lassabban $\varepsilon = 0.6$ -ig, majd a magasabb feszültségeknél ismét gyorsabban növekszik. A hosszú hatótávú belső feszültségek ($|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$), melyeket a 3.16. ábrán láthatunk, hasonlóan viselkednek. ρ^* és $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ csökkenése a magasabb deformációs tartományban ($\varepsilon \cong 1.5$ -nél) a lépcsőzetes deformációnál fellépő visszarendeződési hatásnak tulajdonítható [53]. Ez összhangban van Cu-n és Fe-n végzett mérésekkel, ahol a cellafalak alapvető átalakulása volt megfigyelhető. [28, 51]. A második jele a cellafal struktúra átalakulásának ρ^* és $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ nagyobb fluktuációi, amelyek a IV. szakasz elején kezdődnek. E fölött a belső feszültség ingadozása igen feltűnő, ami azt jelenti, hogy a szemcsén belüli egyes mérések értékei jobban eltérnek az átlagtól. Ez rávilágít arra, hogy a cellafalak és a cellabelsők különböző deformációs állapotban vannak.

A 3.14a-e. ábrákon ez a folyamat lépésről lépésre megfigyelhető. Először, $\varepsilon = 0.11$ -nél, mindhárom paraméter ($|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$, ρ^* és M) nagyon homogén a mérési útvonal mentén. Majd $\varepsilon = 0.62$ -nél (3.14b. ábra) láthatóan valami történt. Az egyik pontban a látszólagos diszlokáció sűrűség határozottan magasabb mint a szomszédos helyeken, de $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ és M értéke alacsonyabb. Ez a PTW-k létrejöttét mutatja a PDW

környezetben. A PTW szerkezet sokkal több diszlokációt tartalmaz alacsonyabb belső feszültség értékek mellett.

Ez a fordított arányosság megfigyelhető az $\varepsilon = 0.91$ nagyságú deformációnál végzett mérések eredményein is. (3.14c. ábra) Itt már nagyobb térrészekben zajlik a fent említett folyamat. Így a mérési pontok közötti különbségek csökkennek, az ábra PTW struktúrába való átalakulás folyamatának előrehaladását jelzi. További deformáció hatására (3.14d. ábra) még mindig maradnak PDW-k, kisebb ρ^* és nagyobb feszültségértékekkel. A 3.14e. ábrán a szemcsehatároknál diszlokáció-feltorlódásra következtethetünk. Ennek oka abban rejlik, hogy Ni-ben a rétegződési hiba energia viszonylag nagy, így nem keletkeznek parciális diszlokációk. Ezért a diszlokációk el tudnak jutni a szemcsehatárig, ahol ezt a mozgást a nagyobb diszlokáció sűrűség állítja meg.

3.3. A mikroszerkezet térbeli változásai Cu egykristályokban, plasztikus deformáció közben [S4]

A képlékeny deformáció leírására általában a diszlokációk által segített deformációs modellt használjuk. [54, 55]. A modell előfeltételeit alapul véve az anyag bármely térfogata és annak tulajdonságai is megegyeznek. Így a képlékeny deformáció elemi lépéseinek átlagolása megengedett.

Mindemellett sok kísérleti tapasztalat azt mutatja, hogy a képlékeny folyás inhomogén, és az anyag bizonyos részeire korlátozott. Zuev és munkatársai egy speciális deformáció–mérés eredményei alapján azt feltételezték, hogy az egykristályok deformációja mozgó deformációs frontok segítségével történik, melyet egy hullám–modellel írtak le.

Ezen felül ismert, hogy a keletkező diszlokációk inhomogén eloszlása deformációs cellaszerkezet kialakulásához vezet. Ez a cellaszerkezet határozza meg mikroszkopikus szinten a szilárdsági tulajdonságokat [56], és már sok vizsgálat tárgya volt. Továbbá ez a szerkezet lehet az előhírnöke a cellaszerkezetnek, és ha nagymértékű deformációt alkalmazunk – severe plastic deformation (SPD) – akár nanokristályos szerkezet is kialakulhat belőle [57].

3.3.1. A mérési összeállítás

Ebben az esetben {100} orientációjú Cu egykristályokat deformáltunk a 3.1 részben már leírt mérési összeállítás segítségével.

Az összenyomóépet egy x – z táblára helyeztük. Ennek segítségével korrigáltuk a minta kiszélesedését és végeztük el a térbeli szkennelést. A kezdeti lépésköz $\Delta z = 0,1\text{mm}$ volt, majd ezt $\Delta z = 0,09\text{ mm}$ -re csökkentettük $\varepsilon = 0,16$ ($\varepsilon = \ln(d_0/d)$)–nál a deformáció során fellépő magasságcsökkenés kompenzálására. Ez biztosította, hogy a

méréssorozat során ugyanazokban a pontokban végezzünk méréseket. A mérések alatt a deformációt megállítottuk.

A mintától kb. 600 milliméter távolságban elhelyeztünk egy távvezérelhető rést, amely segítségével a nyaláb keresztmetszetét $30 \times 40 \mu\text{m}^2$ -re csökkentettük. Ennek a résnek a szórt sugárzását egy másik, a mintától kb. 200 mm-re lévő réssel csökkentettük le.

A $40 \mu\text{m}$ nyalábátmérő, a monokromátor hullámhossz diszperziója, valamint a fókuszálás divergenciája kb. 0.005 fok szögfelbontást eredményez. (2θ -ban).

A detektor felbontása kb. $80 \mu\text{m}$, amely a mintától 450mm távolságban volt. Mindez azt jelenti, hogy a berendezés fizikai felbontása jobb, mint 0,01 fok, mely kb. ötször kisebb, mint a vizsgált (400) csúcs félértékszélessége a deformálatlan egykristály mintánál. Így a mérések kiértékelése során nem volt szükséges instrumentális korrekciót végezni.

A profilok maximumában a beütésszám 3×10^4 és 10^5 között volt. A detektor jó jel-zaj szintjének és a mérési idők rövidségének köszönhetően a maximum/háttér arány 10^3 és 10^5 között változott. A deformáció növekedésével ez az arány 10^5 -ről 10^3 -ra csökkent.

3.3.2. A kiértékelési eljárás

A diffrakciós profilok kiszélesedését két okra vezetjük vissza: a szórásban résztvevő térfogat véges voltára és a diszlokációk deformáció terére. Az utóbbira a rácsstorzulás diszlokációs modelljét alkalmazzuk. (Wilkens [58]) A profil Fourier együtthatóira kapott formula [59]:

$$A(L) = A^S(L) A^D(L) = A^S(L) \exp[-2\pi^2 L^2 g^2 \frac{\rho \bar{C} b^2}{4\pi} f(\eta)], \quad (3.15)$$

S és D a méret és a deformáció okozta szélesedést jelölik, L a Fourier együttható, g a diffrakciós vektor abszolút értéke, ρ a diszlokáció sűrűség, \bar{C} az átlagos diszlokáció

kontraszt faktor, b a Burgers vektor abszolút értéke és $f(\eta)$ A Wilkens által leírt függvény [58] ($(\eta-L/R_e, -R_e$ a diszlokációk külső levágási sugara).

A kontraszt faktor a rugalmas állandóktól és a Burgers vektor, a diszlokáció vonalvektora és a diffrakciós vektor egymáshoz képesti helyzetétől függ. Köbös kristályokban már sok rugalmas állandóra ki lett számolva [34]. Jelen esetben egy típusú csúszási rendszer aktiválódik. A kontraszt faktor átlagát az összes lehetséges Burgers és vonalvektor figyelembe vételével számoltuk ki. Feltettük, hogy az él-, és a csavardiszlokációk egyforma számban vannak jelen.

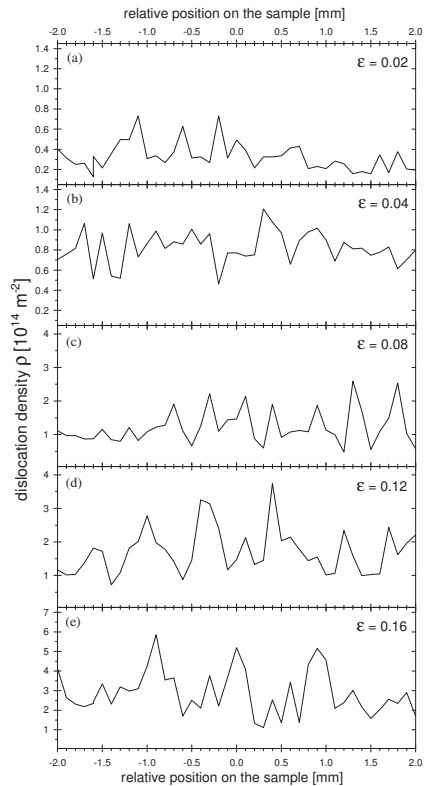
A Wilkens modell feltételezi, hogy az R_e által meghatározott térrészben a diszlokációk véletlenszerűen helyezkednek el. Ez a feltétel túlságosan leegyszerűsítheti a modellt, de a jelenlegi analízis céljaira elégséges.

A profilokat a teljes profil illesztés (Multiple Whole Profile fitting) egy profilra módosított verziójával végeztük el [36]. Az illesztés alatt a méretből adódó szélesedést figyelmen kívül hagytuk, mivel tökéletes egykristályt deformáltunk, valamint a kontraszt paramétert numerikus becsléssel helyettesítettük. Így csak a diszlokáció sűrűség és R_e volt szabad paraméter. Az illesztési eredmények között nem volt fizikailag értelmezhetetlen érték.

3.3.3. Eredmények

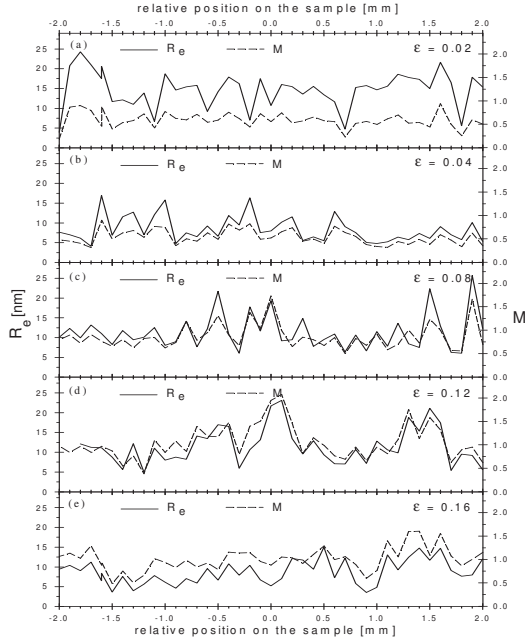
A minta 40 különböző helyén, a különböző deformációnál mért vonalprofilokból számolt diszlokáció sűrűség értékeket láthatjuk az 3.17. ábrán. A deformáció nagyságától függetlenül a diszlokáció sűrűség fluktuációt mutat a hely függvényében. A fluktuáció nagysága jóval a mérési hiba ($1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$) fölött van. A fluktuációk nagysága az átlagértékhez képest kb. 30–40%.

Ahogy a 3.1. részben láttuk, a diszlokáció sűrűség nagy deformációnál hullámzó jellegűt mutat. A mérés eredményei alapján úgy látszik, hogy a diszlokáció sűrűsége térbeli elrendeződése is hasonlóan „hullámzó”.



3.17. ábra

A diszlokáció sűrűség értékei a minta különböző pontjain, különböző deformációk esetén. (Az y tengely skálája változó!) [S4].



3.18. ábra

A külső levágási sugár és a diszlokáció elrendeződési paraméter értékei a minta különböző pontjain, különböző deformációk esetén. [S4].

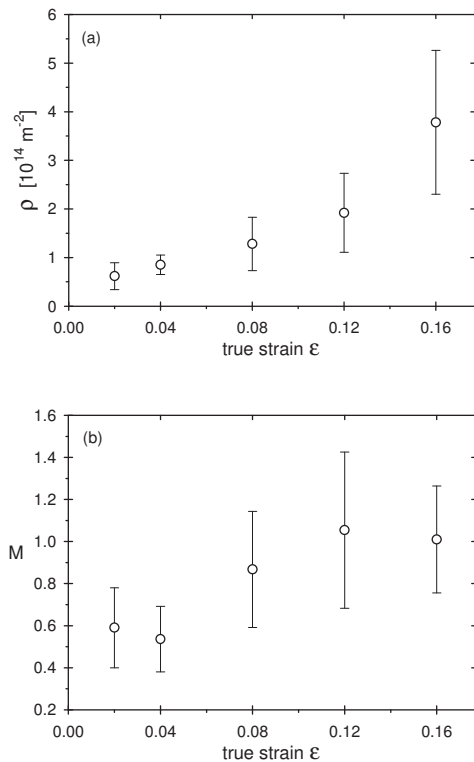
A látottak összhangban vannak Zuev és munkatársai megfigyeléseivel, akik kimutatták, hogy fémes egykristályokban a deformáció nem homogén, hanem deformációs frontok segítségével terjed.

Emellett az 3.17. ábra alapján egy másik jelenségre is figyelhetünk. Egészen $\varepsilon = 0,08$ -ig (a – c) a fluktuációk térben nem állandóak. Azonban $\varepsilon \geq 0,08$ esetén (c – e) a

fluktuációs mintázat stabilizálódni látszik. (Főleg ha a legmarkánsabb maximumokat és minimumokat figyeljük.) Ezt az eredményt értelmezhetjük úgy, hogy a diszlokációk mozgékonyak maradnak, miután diszlokáció dipólokot alkottak, de a feltorlódott diszlokációk együtt mozognak.

A 3.19a ábrán a mérés során a különböző helyeken kapott diszlokáció sűrűségek átlagát és szórását láthatjuk a deformáció függvényében. Kis deformációnál enyhe növekedést tapasztalhatunk, ($\rho < 10^{14} \text{ m}^{-2}$), melyet egy meredekebb szakasz követ, ahol a diszlokáció sűrűség egészen $3.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ -ig növekszik. ($\epsilon = 0,12$ -től $\epsilon = 0,16$ -ig) A 3.19b. ábrán látható M paraméter nem monoton módon viselkedik. Alacsony deformációnál M csekély mértékben csökken, amit a dipólképződés által leárnýékolt deformáció mezőnek köszönhetünk. A legnagyobb deformációnál az M elrendeződési paraméter értéke kicsit csökken, amely a diszlokációs cellafalak kisszőgű szemcsehatárokká váló átalakulásának kezdetét jelezheti [60]. Ebben a szerkezetben a diszlokációk deformáció terének árnyékólása megnő, amely elősegíti a diszlokáció sűrűség gyors növekedését. Ez az átalakulás a III és a IV deformációs szakasz határán szokott fellépni mind polikristályoknál [60], mind egykristályoknál [S2].

A 3.18. ábrán a külső levágási sugarat (R_e), valamint a diszlokáció elrendeződési paramétert ($M = R_e (\rho)^{0.5}$) láthatjuk a hely és a deformáció függvényében. A két mennyiség grafikonja átlagban véve párhuzamosan fut egymással és ellentétesen a diszlokáció sűrűséghez tartozó görbékkel. Ez megegyezik R_e azon értelmezésével, mely szerint $R_e \cdot t$ a deformáció tér leárnýékoltágának mérőszámaként használhatjuk. $\epsilon = 0,16$ -nál M és R_e hasonló viselkedése kezd megszűnni. Azonos R_e -vel rendelkező helyeken a diszlokáció sűrűség észrevehetően eltérővé válik. Ez a diszlokáció elrendeződés megváltozása miatt következik be és alátámasztja azt a következtetést, hogy a IV szakasz elérésekor kezdődik el a cellafalak átalakulása. Ezek az eredmények összhangban vannak TEM mérésekkel, melyekkel a képlékeny alakváltozás mikroszerkezeti hatásait vizsgálták [17].



3.19. ábra:

A mérési eredmények átlaga [S4].

a.): Diszlokáció sűrűség, b): M paraméter ϵ függvényében, a szórással.

A fent leírt kísérletben az újdonság a deformáció közbeni mérés, valamint a deformáció és a hely függvényében nyert kvantitatív információk a diszlokáció sűrűségéről, valamint részlegesen a diszlokációk deformációs teréről.

3.3.4. Összefoglalás

A szinkrotronból származó, nagy intenzitású RTG nyaláb segítségével diffrakciós vonalprofilokat mértünk Cu egykristályok deformációja közben. A deformáció során a minta egy területének különböző pontjait vizsgáltuk. A mérés eredményeként megkaptuk a mikroszerkezet különböző paramétereit, például a diszlokáció sűrűséget és az M elrendeződési paramétert.

A diszlokáció sűrűség a deformáció folyamán nem folytonosan változott. Ez azzal magyarázható, hogy az egykristályokban a deformáció hullámszerűen terjed, ellentétben a polikristályos anyaggal, ahol a deformáció homogén. Ezt a jelenséget már megfigyelték fém egykristályokon végzett deformációs méréseknél. Az egykristályok jellegzetes egyszeres csúszási jelenséget mutattak. Egy diszlokációs cellából álló hálózatot használunk modellként, amely folyamatosan kölcsönhat az újonnan keletkezett mobil diszlokációkkal.

A deformáció során létrejött diszlokációk térben erősen változó viselkedést mutatnak, amely $\varepsilon = 0.12$ nagyságú deformációnál állandósulást mutat. Ekkor a diszlokáció-dipólok cellaszerkezetet kialakítva együtt maradnak.

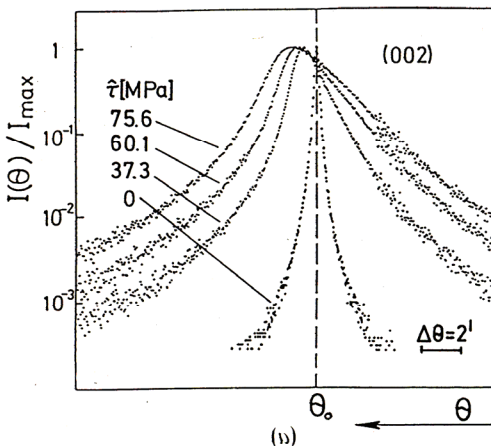
3.4. Plasztikusan deformált réz mintákban lévő vakancia koncentrációk meghatározása diffúz RTG háttérből [S2, S3, S5]

Képlékeny deformáció során a fémekben ponthibák keletkeznek. Ezt a folyamatot először elektromos ellenállásméréssel mutatták ki [4, 67, 69]. 1978-ban Roennpapel és Schwink egy in-situ kaloriméter segítségével meghatározta a tárolt energiát réz egykristály nyújtása közben [61]. Az ezekből a mérésekből kapott tárolt energiából számolt diszlokáció sűrűség 3–4-szer nagyobb volt, mint a maratásos [62] vagy TEM mérésekből [63, 64] kapott diszlokáció sűrűség. Először úgy gondolták, hogy a különbség abból adódik, hogy a TEM mintakészítés folyamán az alkalmazott minta előkészítési technika miatt a diszlokáció sűrűség csökken. Wilkens javasolta, hogy az RTG vonalszélesedésre alapuló módszerrel vizsgálják meg az eredeti, a kaloriméteres mérés során vizsgált mintát [22].

A mérés eredménye a TEM vizsgálatok által megállapított diszlokáció sűrűség helyességét igazolta, és így az eltérés forrásának kérdését nem tudta megválaszolni. Az RTG vizsgálatnak viszont volt egy érdekes eredménye, amelyet akkor csak marginálisan említettek. Egyrészt a mért profilok aszimmetrikusak voltak, másrészt a vonalprofilok súlypontja a deformáció előrehaladtával eltolódott a nagyobb szórási szögek felé. A jelenség mind a (002), mind a (020)/(200) típusú mérési elrendezésben tapasztalható volt. Ez a változás rácsparaméter-csökkenést jelez. A profilok aszimmetriája és a súlypont eltolódása figyelhető meg a 3.20. ábrán.

$\tau = 75.6$ MPa feszültséggel deformált minták vékonynyalábos TEM vizsgálata során kis hibaklasztereket fedeztek fel. Ezek valószínűleg vakancia típusú diszlokáció-hurkok. Az átmérőjük kb. 3 nm, vagy kisebb. Azt is megfigyelték, hogy ezek a képződmények legtöbbször a diszlokációs cellafalakban jöttek létre. Ezek a vakancia-klaszterek, vagy vakanciákat tartalmazó diszlokáció hurkok rácsparaméter növekedést

okoznak, amely megmagyarázza a reflexiók csúcsok súlypontjának a nagyobb szögek felé tolódását.



3.20. ábra

A [001] orientációjú, húzással deformált Cu egykristály
(002) reflexiói különböző deformációknál. Forrás: [20].

A szóban forgó rácshibák általában nem járulnak hozzá a vonalszélesedéshez, hanem a diffúz hátteret növelik. Ezt szokták Huang szórásnak hívni [65].

Az utóbbi időkben vizsgálatokat végeztek könyöksajtolással (Equal Channel Angular Pressing (ECAP)) deformált mintákon röntgen vonalprofil-analízis (X-ray line profile analysis (XLP)), maradék elektromos ellenállás mérés (Residual Electrical Resistivity (RER)) és differenciális pásztázó kalorimetria (Differential Scanning Calorimetry (DSC)) segítségével [66]. Mindhárom módszer alkalmas a diszlokáció sűrűség meghatározására (ρ_{XLP} , ρ_{RER} , és ρ_{DSC}). Az említett vizsgálatok szerint ρ_{RER} , és ρ_{DSC}

jelentősen nagyobb, mint ρ_{XLPA} . A szerzők az ellentétet úgy oldják föl, hogy az RTG módszerrel kapott diszlokáció sűrűséget tekintik a valós diszlokáció sűrűségnek, míg a másik két módszerben fellépő többletet egyéb típusú hibák – jórészt vakanciák – hatásának tekintik. A $\rho_{RER}-\rho_{XLPA}$ és a $\rho_{DSC}-\rho_{XLPA}$ különbségeket felhasználva számítják ki a deformáció során keletkező vakanciák koncentrációját. A két különböző mérésből (RER és DSC) számolt koncentráció értékek mérési hibán belül megegyeznek, ami az elmélet és az eljárás helyességét támasztja alá [66].

Szeretnénk bemutatni, hogy a diffúz RTG háttér felhasználásával a képlékeny alakváltozás során kialakuló vakancia koncentráció meghatározható. Az RTG mérésekből kitűnik, hogy a vakancia képződés aránya a réz egykristály és a réz polikristályos minták esetén jelentősen különbözik. A különbséget a szemcsebelsőkből és a szemcsehatárokból történő vakancia felhalmozódás eltérő mértékében látjuk. A vakancia felhalmozódás a polikristályos mintáknál különösen jelentős mértékű.

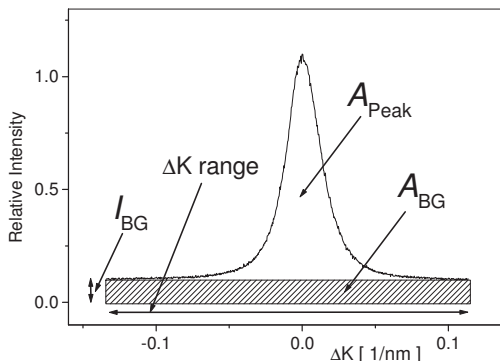
3.4.1. A mérési összeállítás

Az RTG méréseket szinkrotron mellett végeztük. A kiértékelések alapjául az egykristályok esetében a 3.1 pontban leírt méréssorozat szolgált. A polikristályos mintákat is az ott leírt eszközökkel, módszerrel és körülmények között vizsgáltuk.

3.4.2. A kiértékelési eljárás

A 3.21. ábrát a kiértékelés során használt paraméterek definiálásához használjuk. Egy méréssorozaton belül az összes vonalprofil–mérés azonos körülmények között zajlott. Ez azt jelenti, hogy pl. a résszélességek, a minta–detektor távolság, a nyaláb keresztmetszete a mintán változatlanok maradtak az egész méréssorozat során. A mért intenzitásokat először a mérések idejével normalizáltuk. A következő lépésben a 2θ diffrakciós szögeket a $\Delta K = 2\cos\theta_B/\lambda$ összefüggés alapján transzformáltuk. θ_B A (400) reflexióhoz tartozó Bragg szög, amelyet a profil maximumával tekintettünk egyenlőnek.

λ a sugárzás hullámhossza. Egy méréssorozaton belül a profilokat ugyanazon a ΔK tartományon értékeltük ki.



3.21. ábra

Tipikus (400) Bragg reflexió sematikus képe. A_{Peak} a profil alatti terület a háttér nélkül, A_{BG} pedig a háttér területe, mindkettő egy ΔK tartományon értelmezve. I_{BG} a háttér intenzitása a ΔK tartományban [55].

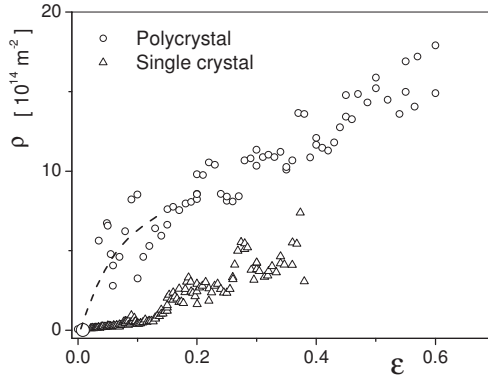
Az I_{BG} háttérintenzitásokat az előző két transzformáció után határoztuk meg. Mivel a szórt sugárzás és a detektor háttere a mintából származó intenzitáshoz képest elhanyagolható volt, a mért háttér-intenzitást és a csúcs intenzitását fizikailag releváns értékeknek tartjuk. Mivel a szórt sugárzás a bejövőhöz képesti abszolút intenzitását ezzel a mérési összeállítással nem tudtuk meghatározni, a kiértékelés során a háttér és a csúcs intenzitásának arányát használjuk. A deformáció során a csúcs erősen kiszélesedik és intenzitása jelentősen csökken. Ezért a háttér-csúcs arány meghatározásakor célszerű

az integrális intenzitásokat használni. Az integrális intenzitás a ΔK tartományban a görbe alatti területet jelenti. Például a 3.21. ábrán a háttér esetében a besatírozott területet. A háttérnek a csúcshoz viszonyított arányát a következő módon definiáljuk:

$$R = \frac{A_{BG}}{A_{Peak}} \quad (3.16)$$

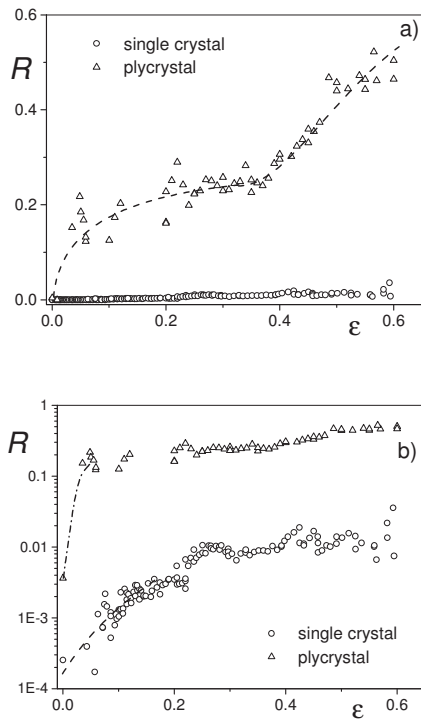
A diszlokáció sűrűséget a mért profilokból az előzőekben leírt Wilkens által definiált függvény illesztésével kaptuk meg.

3.4.3. Eredmények



3.22. ábra

A diszlokáció sűrűség az összenyomás függvényében, szinkrotron mellett végzett in-situ mérés folyamán [S5].



3.23. ábra

A háttér-csúcs arány (R) a polikristályos és az egykristály mintára az összenyomás, ϵ , függvényében.

(a) lineáris skála, (b) logaritmikus skála [55].

Az 3.22. ábrán a mért diszlokáció sűrűségeket láthatjuk a deformáció függvényében.

Az egykristályhoz tartozó értékek megegyeznek a 3.1 pontban ismertetett mérésorozat eredményeivel. Amint megfigyelhető, a polikristályos mintában a diszlokáció sűrűség a deformáció elején jelentősen gyorsabban növekszik és az egész deformáció során jóval magasabb, mint az egykristály mintában. A háttér-csúcs arány, amit a (3.16) egyenletben definiáltunk, látható az 3.23a ábrán ε függvényében.

A polikristályra vonatkozó háttér-csúcs arány kis ε értékeknél nagyon gyorsan növekszik, és a deformáció további növekedésével is jóval magasabb, mint az egykristályos mintánál mért arány. Az 3.23b. ábrán ábrázoltuk az arányokat logaritmikus skálán, hogy össze tudjuk hasonlítani az egykristály mintát a polikristályos mintával. Bár a deformálatlan polikristályos mintához tartozó R érték alacsony, mégis észrevehetően magasabb mint az egykristályhoz tartozó érték.

3.4.4. Következtetések

Amint a bevezetésben említettem, az utóbbi időkben vizsgálatokat végeztek könyöksajtólással (Equal Channel Angular Pressing (ECAP)) deformált mintákon röntgen vonalprofil-analízis (X-ray line profile analysis (XLP)), maradék elektromos ellenállás mérés (Residual Electrical Resistivity (RER)) és differenciális pásztázó kalorimetria (Differential Scanning Calorimetry (DSC)) segítségével [66]. A három módszerrel három diszlokáció sűrűség értéket – ρ_{RER} , ρ_{XLP} és ρ_{DSC} – kaptak.

Feltételezve, hogy a maradék elektromos ellenállás a diszlokációktól származik [67]:

$$\rho_{RER} = \Delta_{RER} 0.8 \times 10^{-25} \Omega m^{-3} \quad (3.17)$$

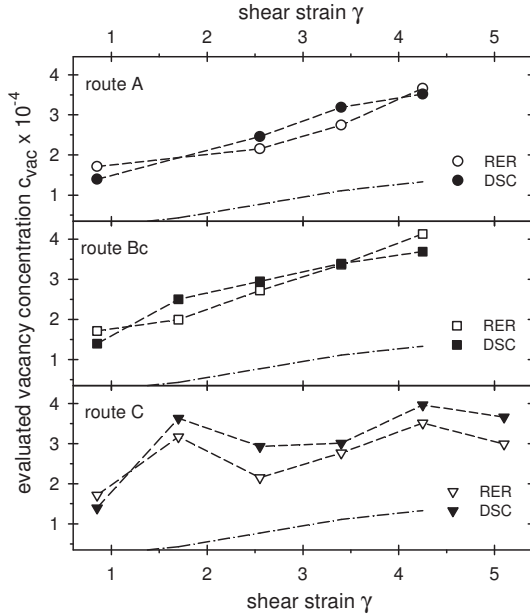
Δ_{RER} az ellenállás növekedés értéke, $0.8 \times 10^{-25} \Omega m^{-3}$ pedig a diszlokáció-ellenállás rézben. Feltételezve, hogy a DSC mérések közben a hőleadás a diszlokációk annihilációjának következménye, ρ_{DSC} a mérésekből meghatározható a diszlokációk által tárolt energia segítségével [68]:

$$E_{stor} = A G b^2 \rho_{DSC} \ln(R/b) \quad (3.18)$$

Ahol $A = 1/4\pi$ vagy $1/[4\pi(1-\nu)]$, ϵ_l illetve csavardiszlokációk esetén, b a diszlokációk Burgers vektora, R_e a diszlokációk külső levágási sugara, és G a kristály nyírási modulusa. A kiértékelés eredménye az volt, hogy ρ_{RER} , és ρ_{DSC} jelentősen nagyobbak mint ρ_{XLPa} .

A képlékeny deformáció folyamán diszlokációk és ponthibák, legtöbbször vakanciák keletkeznek [4, 69, 70]. Mivel az intersticiális atomok aktiválási energiája jóval nagyobb, mint a vakanciáké, ezért belőlük jóval kevesebb keletkezik, mint vakanciákból [71]. Ezért a továbbiakban a ponthibák közül csak a vakanciákat vesszük figyelembe.

A fent említett három vizsgálati módszer, a vonalprofil-analízis, a maradék elektromos ellenállás mérés és a differenciális pásztázó kalorimetria különböző módon szolgáltat információt a mintában lévő hibákról. A vonalprofil-analízis csak a diszlokációkra érzékeny [72]. A diszlokációk deformáció tere $1/r$ -el arányosan csökken, míg a ponthibáké $1/r^2$ -el. Itt r a hibától mért távolság. Tehát a diszlokációk deformáció tere hosszú távú, míg a ponthibáké rövidtávú. A két különböző ráctorzulás Bragg reflexiókra gyakorolt hatása is különböző. Míg a diszlokációk vonalszélesedést okoznak, a ponthibák egy a Bragg reflexiók közötti szögeknél is mérhető diffúz szórást eredményeznek, melyet Huang szórásnak hívunk [65]. A vizsgált esetben a másik két módszer egyszerre vizsgálja a diszlokációkat és a ponthibákat. Meg kell említeni, hogy általában a különböző típusú hibák különböző hőmérsékleten temperálódnak ki az anyagból, így az utóbbi két mérést is el lehet végezni úgy, hogy külön-külön kiértékelhetővé váljon a ponthibák illetve a diszlokációk hatása. Az általunk vizsgált esetben, vagyis réz minták szobahőmérsékleten történő deformációja esetén, mindkét típusú hiba közel azonos hőmérsékleten temperálódik ki [73]. Ezért jelen esetben ρ_{RER} és ρ_{DSC} látszólagos diszlokáció sűrűségek, melyek tartalmazzák a vakanciák hozzájárulását is. A fentiek fényében Schafler és munkatársai a vonalprofil-analízis által szolgáltatott diszlokáció sűrűséget tartották az igazi diszlokáció sűrűségnek [66].



3.24. ábra

Az [66]–ben tárgyalt különböző módon ECAP deformációnak kitett mintákra DSC és RER mérések alapján számolt vakancia koncentráció értékei az alkalmazott deformációval egyenértékű nyírási deformáció függvényében. A pontozott-szággatott vonal hagyományos hidegmegmunkálási folyamat után mért vakancia koncentrációkat jelöl. Forrás: [66].

A másik két értéktől való eltérést a vakanciáknak tulajdonították, és a vakancia koncentráció kiszámolására használták. A vakancia koncentrációkat a következő egyenletekkel adták meg [66]:

$$(C_{vac})^{RER} = (\Delta_{RER})^{vac} / (62 \mu\Omega cm) \quad (3.19)$$

és

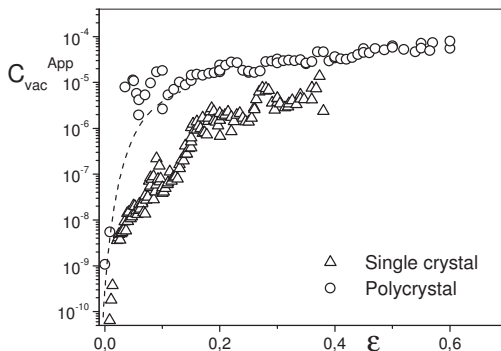
$$(C_{vac})^{DSC} = (E_{stor})^{vac} / (1.95 \times 10^{-19} J) \quad (3.20)$$

$0.62 \times 10^{-4} \Omega cm$ az egységnyi vakancia koncentráció által okozott ellenállás növekedés, $\Delta H_f = 0.195 \times 10^{-18} J$ pedig a vakancia keletkezési energia, mindkettő rézre vonatkoztatva [74]. Az ECAP deformált mintákra a fenti egyenletek segítségével számolt vakancia koncentráció értékeket láthatjuk az 3.24. ábrán az alkalmazott deformációval egyenértékű nyírási deformáció függvényében.

Az ábrán látható, hogy a két módszerből kapott koncentráció értékek nagyon jól egyeznek. Érdemes még megjegyezni, hogy a különböző módozatú ECAP deformációk hatására kialakuló vakancia koncentráció azonos. Valószínűleg az alkalmazott deformáció olyan nagy, hogy a deformáció módjától függetlenül a vakancia koncentráció eléri a telítési értéket. Az eddigi vizsgálatok [4, 67, 69, 70, 74, 75, 76] és a fent leírt mérésorozat [66] rámutatnak arra, hogy a deformáció során a diszlokációk és a vakanciák egyszerre keletkeznek. A kevés rendelkezésre álló mérési adat miatt azonban nehéz mennyiségi összefüggést találni a diszlokáció sűrűség és a keletkező vakanciák koncentrációja között. Az első mérési adatok alapján valószínűsíthető volt, hogy a vakancia képződés a diszlokáció sűrűség bizonyos küszöbértéke felett indul meg és igen magas diszlokáció sűrűség értékeknél telítésbe megy át. A vakancia koncentráció (C_{vac}) és a diszlokáció sűrűség ($\rho_{14} - 10^{14}$ -es egységekben mérve) közötti empirikus összefüggést a következő formában írhatjuk fel [66]:

$$C_{vac} \approx 1 - \exp [-2.5 \times 10^{-7} (\rho_{14})^2] \quad (3.21)$$

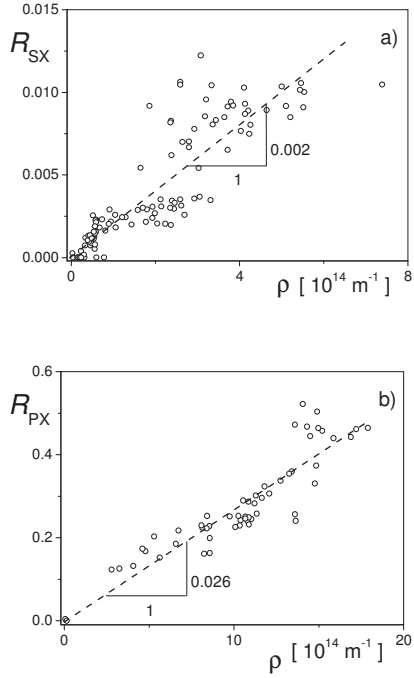
Az in-situ mérésorozat kiértékelése során kapott diszlokáció sűrűségek segítségével a fenti összefüggés alapján kapott vakancia koncentráció értékeket láthatjuk a 3.25. ábrán.



3.25. ábra

Az (3.21) egyenlet alapján számolt látszólagos vakancia koncentrációk egykristály és polikristályos Cu mintákban, ϵ függvényében [55].

Mivel a RTG szórás diffúz háttere jórészt a ponthibák szórásából származik, ésszerű ábrázolni az előzőekben az (3.16) egyenlettel definiált R arányt a diszlokáció sűrűség függvényében. A 3.26a. és 3.26b. ábrán láthatjuk az egykristályra vonatkozó R_{SX} -et és a polikristályra vonatkozó R_{PX} -et. A mért pontok szórásától eltekintve R és a diszlokáció sűrűség között egy egyenes arányosság figyelhető meg.



3.26. ábra

A háttér-csúcs arányok (a) egykristály (R_{SX}), és (b) polikristály (R_{PX}), mintákra a ρ diszlokáció sűrűség függvényében. Az ábrán feltüntetett az R értékek meredekségét is 10¹⁴m⁻²-es egységekben [S5].

Az R paraméter mereedségét az egykristály mintában $R_0^{SX} = 0,002$ -nek, a polikristályos mintában $R_0^{PX} = 0,026$ -nak találtuk, amennyiben a diszlokáció sűrűségét 10^{14} m^{-2} egységekben mérjük.

$$R_{SX} = 0.002 \rho [10^{14} \text{ m}^{-2}], (3.22)$$

$$R_{PX} = 0.026 \rho [10^{14} \text{ m}^{-2}]. (3.23)$$

Az eddigi eredmények alapján tehát két megállapítást tehetünk:

(i) a diszlokáció sűrűség és a vakancia koncentráció között monoton összefüggés van,

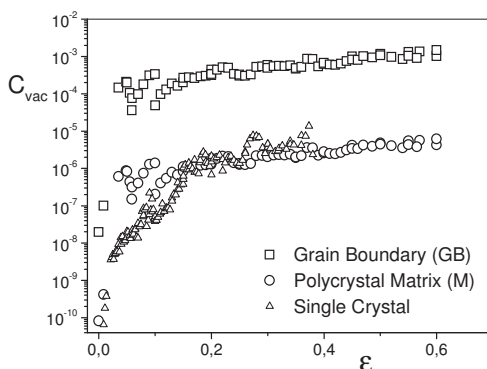
(ii) és az egykristályokban mérhető R_0^{SX} merekség jóval kisebb a polikristályos anyagokban mérhető R_0^{PX} -nél. $R_0^{PX} = 13x R_0^{SX}$. Az ellentmondás feloldására a következőkben leírt modellt vezettük be. Tekintsük a polikristályos anyagot a szemcse belsejéhez tartozó anyagrészekből – nevezhetjük mátrixnak (M) – és a szemcsehatárokhoz tartozó anyagrészekből (GB) álló kompozitnak. Ha feltételezzük, hogy az egykristályoknál mért diffúzió háttér és a mátrix által generált diffúzió háttér azonos, akkor az 3.25. ábrán lévő látszólagos diszlokáció sűrűséget a mátrixhoz és a szemcsehatárhoz tartozó vakancia koncentráció átlagaként foghatjuk fel.

$$(C_{vac})^{App} = f_{GB} (C_{vac})^{GB} + (1-f_{GB}) (C_{vac})^M, (3.24)$$

Itt f_{GB} a szemcsehatárok térfogati aránya, $(C_{vac})^{GB}$ és $(C_{vac})^M$ a szemcsehatárokból és a mátrixban lévő vakancia koncentrációk. Ha feltesszük, hogy a szemcsehatárok térfogati aránya 5%, akkor a látszólagos vakancia koncentrációból a (3.21) és (3.24) egyenletek felhasználásával kiszámíthatjuk a szemcsehatárookra és a mátrixra jellemző vakancia koncentrációt. Ezeket az értékeket láthatjuk az 3.27. ábrán.

Elképzelhető, hogy a vakancia képződési arány az egykristályokban kisebb, mint amit a (3.21) egyenlet alapján számoltunk és a 3.27. ábrán ábrázoltunk, mivel az egyenlet a polikristályos adatokra vonatkozik. A 3.27. ábra alapján elmondhatjuk, hogy

az egykristályhoz és a polikristályos anyag mátrix tartományához tartozó vakancia koncentráció a deformáció alatt mindvégig 10^{-5} alatt marad.



3.27. ábra

Az egykristályokban mért eredeti vakancia koncentráció és a polikristályos minta mátrix, illetve cellafal tartományaira kiszámított vakancia koncentráció a deformáció függvényében [S5].

A fent említett ok miatt az egykristályban lehet, hogy ennél is kisebb. A szemcsehatárok alkotta tartományokban viszont a koncentráció eléri a 10^{-4} és 10^{-3} értéket is, amely a réz olvadáspontjára jellemző egyensúlyi vakancia-koncentráció nagyságrendje. Ez az eredmény azt sugallja, hogy egy erősen deformált anyagban a szemcsehatárok környezete erősen eltorzult, és közelebb áll az amorf állapothoz, mint a kristályoshoz. A szubmikron-, illetve nano-nagyságú szemcsemérettel rendelkező

anyagokra felállított modellek közül némelyik feltételezi, hogy a szemcsehatárokhoz tartozó anyagrészek minőségileg különböznek a szemcsék belsejét kitöltő anyagtól. Az itt kimutatott, a szemcsehatárookban jelen lévő igen magas vakancia koncentráció alátámasztja ezeket az elméleteket. A szemcsehatárookban és a szemcsebelsőkhben mért vakancia koncentrációk nagy eltérését okozhatja a két típusú anyagrészben tapasztalható diszlokáció felhalmozódás különbsége. A szemcsehatárok magukba abszorbeálják a diszlokációkat, amelyek annihilationjakor nagy mennyiségű vakancia keletkezhet.

3.4.5. Összefoglalás

A képlékeny deformáció során vakanciák képződnek. Ezt a folyamatot szimultán elvégzett RTG vonalprofil-analízis, elektromos ellenállás-mérés és kaloriméteres mérések segítségével figyelték meg. Réz egykristály és polikristályos minták RTG diffrakciós vonalainak hátterét vizsgáltuk, hogy információkat nyerjünk belőle a mintákban található ponthibákról, nevezetesen a vakanciákról. A mintákat összenyomásnak vetettük alá és in-situ vonalprofil méréseket végeztünk szinkrotron mellett.

Az RTG, elektromos ellenállás és kaloriméteres vizsgálatok összehasonlításából az alábbi következtetéseket vontuk le:

- (i) A deformáció alatt ponthibák, nevezetesen vakanciák keletkeznek.
- (ii) A ponthibák koncentrációja együtt növekszik a diszlokáció sűrűséggel.

A ponthiba képződési sebesség a polikristályos és az egykristályos mintákban drasztikusan eltérő. A röntgen szórás diffúz hátterének vizsgálatával megállapítható, hogy a polikristályos Cu mintákban egy nagyságrenddel több vakancia képződik mint egykristályos Cu mintákban. Ezt az eredményt azzal magyaráztuk, hogy a szemcsehatárok alkotta térrészben nagyobb a vakancia felhalmozódás mint a szemcsék belsejét alkotó anyagban. Ezen felül – feltételezve, hogy a szemcsebelsőkhben és az egykristályban a vakancia-felhalmozódás hasonló módon történik – kiszámítottuk a szemcsehatárookra érvényes vakancia koncentrációt. Úgy találtuk, hogy a deformáció

növekedésével a vakancia koncentráció értéke a szemcsehatárokon eléri a réz olvadáspontjához tartozó egyensúlyi értéket. Ez az eredmény alátámasztja azt a feltételezést, hogy az erősen deformált fémekben lévő szemcsehatárok nagyon rendezetlen, szinte amorf részei az anyagnak.

4. Összefoglalás

Munkám célja a fémek mikroszerkezetében nagy képlékeny deformáció hatására kialakuló diszlokáció–szerkezet jellemzése a röntgen diffrakciós vonalprofil analízis módszerével. A mikroszerkezeti paramétereket a deformáció közben rögzített röntgen vonalprofilok analízisével határoztam meg. A mérések jelentős részét szinkrotron mellett végeztem, ami lehetővé tette, hogy a képlékeny deformáció során, úgy nevezett in-situ vizsgálatokat hajthassak végre jó időbeli és egyben nagy szögfelbontással.

Vizsgálataim egyik eredménye a diszlokáció–szerkezetben fellépő fluktuációk kísérletes meghatározása. A deformáció növekedésével a fluktuációk egy maximumon mennek keresztül, majd jelentős mértékben csökkennek. A deformáció IV szakaszában a mikroszerkezet egy bizonyos méretskálán homogenizálódik.

Réz egykristály mintákon meghatároztam a mikroszerkezeti paramétereket a deformáció függvényében a minta ugyanazon pontján, majd egy következő méréssorozatban a deformáció és a hely függvényében, méréseket végezve a minta több pontján, a deformáció folyamata közben.

A III és VI szakasz határán a diszlokációs cellafalakban lejátszódik egy másodrendű fázisátalakulás, amely lefolyására felállítottam egy modellt, ami alapján a mérési eredményeinket értelmezni tudtam. A modell szerint a III szakaszra jellemző PDW típusú diszlokáció falak a III és IV szakasz közötti átmenet folyamán PTW típusúakká alakulnak. A PTW-ben a diszlokációk deformáció tere erősen le van árnyékolva. A szomszédos cellabelsők a PTW kialakulása során kölcsönösen elfordulnak egymáshoz képest.

A helyfüggő mérésekből kiderült, hogy a deformáció és a fent említett cellafal átalakulás nem egyszerre történik az egész kristályban, hanem először csak bizonyos helyeken kezdődik el, majd nagyobb deformációknál terjed ki az egész kristályra.

Réz egykristály és polikristályos mintán in-situ mért röntgen diffrakciós profilok diffúz hátterének felhasználásával meghatároztam a keletkezett diszlokációk sűrűsége és

a vakancia koncentráció közötti összefüggést. A polikristályos mintákban mért nagyságrenddel nagyobb vakancia koncentrációt azzal magyaráztam, hogy a szemcsehatárok alkotta térrészben nagyobb a vakancia felhalmozódás mint a szemcsék belsejében.

5. Summary

The goal of my work is the characterization of the dislocation structure within the microstructure of metallic materials during large plastic deformations by the method of X-ray line profile analysis. The microstructural parameters have been determined by the analysis of X-Ray line profiles measured in-situ during deformation. Most of the measurements were carried out using synchrotron radiation in order to reach good time resolution and high angular resolution during deformation.

One of the most interesting results of my investigations are the experimental determination of the fluctuations in the dislocation structure. The fluctuations show a maximum at a certain stage of deformation, and after that decrease considerably during further deformation. Finally, the microstructure is homogenized in the stage IV of deformation.

I have determined the microstructural parameters at the same position of a Cu single crystal during the deformation. By a next investigation I have examined the same process in spatial scans.

When the deformation process passes from stage III to stage IV the dislocation structure reveals a second-order phase transition. A microscopic dislocation model was introduced which describes the results of measurements. Polarized dipolar (PDW) walls structure characteristic to stage III transforms to Polarized tilt walls (PTW) during the transition from stage III to stage IV. The PDW structure contains a relatively large dislocation density with strong internal stresses, whereas the PTW structure contains an even larger dislocation density which is, however, very effectively screened, and therefore shows relatively small internal stresses. In the latter structure the adjacent cells are usually alternately misoriented.

From the spatial scans it turned out that this transformation begins at particular locations in the crystal, and then expands with increasing deformation.

The background intensity of X-ray diffraction patterns has been analyzed to determine the correlation between dislocation density and vacancy concentration, in poly- and single-crystalline copper specimens. The point defect production rate in poly- and single-crystalline specimens is observed to be drastically different. This difference is interpreted as different vacancy production rates in the grain interior and in the grain-boundary regions.

6. Új tudományos eredmények

6.1. Plasztikus deformáció során, szinkrotron mellett in-situ RTG méréssel meghatározott másodrendű fázisátalakulás a diszlokáció struktúrában [S2]

Úgy találtam, hogy a Cu egykristályok összenyomása során felvett Mecking-plot alapján a deformáció II és IV szakasza közötti átmenet kb. $\sigma = 40 \pm 2$ MPa-os külső terhelésnél történik meg.

A diffrakciós vonalak aszimmetriájából arra következtettem, hogy a mintában heterogén diszlokáció-szerkezet alakult ki.

Megállapítottam, hogy a cellafalakban és a cellabelsőben fellépő belső feszültség a deformáció során monoton növekszik. A cellafalakban az alkalmazott külső feszültséggel ellentétes irányú.

Megállapítottam, hogy a diszlokáció sűrűség mind a cellafalakban mind a cellabelsőben növekszik a deformációval. A növekedés kb. 1,5 nagyságrendnyi. A mérés alapján úgy találtam, hogy a IV szakaszban a cellafalak diszlokáció sűrűsége nagyobb ütemben növekszik, mint a cellabelsőké.

A cellabelső és a cellafal között ható teljes belső feszültség növekedését figyeltem meg a deformáció függvényében, amely a III szakaszban nagyobb ütemű volt, mint a IV. szakaszban.

Úgy találtam, hogy a IV szakasz kezdetéig mind a cellafalakhoz, mind a cellabelsőkhöz tartozó M értékek csökkenek. A IV szakaszban M_w közel állandó marad, M_c pedig elkezdi növekedni.

Megállapítottam, hogy a III és IV szakasz határán a diszlokáció sűrűség négyzetes fluktuációja ($\Delta\rho^2/\rho^2$) egy nagyon markáns maximummal rendelkezik, hasonlóan, mint a cellabelsőben és a cellafalakban lévő belső feszültségek súlyozott aránya ($f_c \tau_c / f_w \tau_w$).

6.2. Hengerelt és csavart Ni polikristály vizsgálata szinkrotron mellett [S1]

Megállapítottam, hogy a röntgen vonalszélesedésből számolt diszlokáció sűrűség értékek mennyiségi egyezést mutatnak az elektromos ellenállás mérésből származó értékekkel.

Úgy találtam, hogy a vizsgált szemcsén belül, $\varepsilon = 0.11$ -nél, mindhárom paraméter ($|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$, ρ^* és M) nagyon homogén a mérési útvonal mentén. Majd $\varepsilon = 0.62$ -nél az egyik pontban a látszólagos diszlokáció sűrűség határozottan magasabb, mint a szomszédos helyeken, de $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ és M értéke alacsonyabb. Ez a fordított arányosság már nagyobb térrészekben is megfigyelhető az $\varepsilon = 0.91$ nagyságú deformációnál.

6.3. A mikroszerkezet térbeli változásai Cu egykristályokban, plasztikus deformáció közben [S4]

Megállapítottam hogy Cu egykristályokban a deformáció nagyságától függetlenül a diszlokáció sűrűség fluktuációt mutat a hely függvényében. A fluktuáció nagysága jóval a mérési hiba ($1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$) fölött van. A fluktuációk nagysága az átlagértékhez képest kb. 30–40%.

Azt találtam, hogy egészen $\varepsilon = 0,08$ -ig a fluktuációk térben nem állandóak. Azonban $\varepsilon \geq 0,08$ esetén a fluktuációs mintázat stabilizálódni látszik. (Főleg ha a legmarkánsabb maximumokat és minimumokat figyeljük.)

Megállapítottam, hogy a mérés során a különböző helyeken kapott diszlokáció sűrűségek átlaga és szórása kis deformációnál enyhe növekedést mutat, ($\rho < 10^{14} \text{ m}^{-2}$), melyet egy meredekebb szakasz követ, ahol a diszlokáció sűrűség egészen $3.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ -ig növekszik ($\varepsilon = 0,12$ -től $\varepsilon = 0,16$ -ig). A külső levágási sugár (R_e), és a diszlokáció elrendeződési paraméter ($M = R_e (\rho)^{0.5}$) grafikonja átlagban véve párhuzamosan fut egymással és ellentétesen a diszlokáció sűrűséghez tartozó görbékkel. $\varepsilon = 0.16$ -nál M és

R_e hasonló viselkedése kezd megszűnni. Azonos R_e -vel rendelkező helyeken a diszlokáció sűrűség észrevehetően eltérővé válik.

A kísérletben az újdonság a deformáció közbeni mérés, valamint a deformáció és a hely függvényében nyert kvantitatív információk a diszlokáció sűrűségéről, továbbá részlegesen a diszlokációk deformációs teréről.

6.4. Plasztikusan deformált réz mintákban lévő vakancia koncentrációk meghatározása diffúz RTG háttérből [S2, S3, S5]

Úgy találtam, hogy a polikristályos mintában a diszlokáció sűrűség a deformáció elején jelentősen gyorsabban növekszik és az egész deformáció során jóval magasabb, mint az egykristály mintában. A polikristályra vonatkozó háttér-csúcs arány kis ε értékeknél nagyon gyorsan növekszik, és a deformáció további növekedésével is jóval magasabb, mint az egykristályos mintánál mért arány.

Megállapítottam, hogy a háttér-csúcs arány (R) és a diszlokáció sűrűség között egy egyenes arányosság figyelhető meg. Az R paraméter meredekségét az egykristály mintában $R_0^{SX} = 0,002$ -nek, a polikristályos mintában $R_0^{PX} = 0,026$ -nak találtuk, amennyiben a diszlokáció sűrűséget 10^{14} m^{-2} egységekben mérjük.

7. New scientific results

7.1. A second-order phase-transformation of the dislocation structure during plastic deformation determined by in situ synchrotron X-ray diffraction [S2]

I have shown that in case of Cu single crystals:

- The Mecking-plot of compressed Cu single crystals show that the transition of III and IV stages of deformation occurs at $\sigma = 40 \pm 2$ MPa.
- Inhomogeneous distribution of the generated dislocations cause asymmetric diffraction peaks.
- The absolute values of internal stresses corresponding to both cell walls and interiors are increasing with the deformation. The values of the internal stresses corresponding to cell walls are negative.
- The values of dislocation density of cell walls and cell interiors increase by about one and a half orders of magnitude over the entire range of deformation. The dislocation density of cell walls increases faster in stage IV.
- The total internal stress acting between the cell wall and cell-interior regions increases too with deformation, but the speed of the increase was higher in stage III.
- Both local M values are decreasing up to the onset of stage IV. The Mw values remain nearly constant, while the Mc values increase again within stage IV.
- A well-pronounced strong maximum of the fluctuation square of the dislocation density can be seen at the transition from stage III to stage IV. The weighted flow-stress ratio increases monotonously up to about 40 MPa, the assumed transition from stage III to stage IV, and decreases monotonously above this stress level and finally almost saturates around the value of unity.

7.2. Microstructural Parameters In Large Strain Deformed Ni-Polycrystals As Investigated By Synchrotron Radiation [S1]

I have found that the dislocation density determined by residual electrical resistivity measurements show the same quantitative evolution like gathered from X-Ray measurements.

I have determined that while at $\varepsilon = 0.11$ all three parameters $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$, ρ^* and M show very homogeneous quantity distribution over the scanned path, the results at $\varepsilon = 0.62$ at one point the formal dislocation density is markedly higher than at the neighboring points but the values of $|\Delta\sigma_w - \Delta\sigma_c|$ and M are lowered relative to their neighborhood. This inverted proportionality can also be observed at the scan with $\varepsilon = 0.91$ but contained in larger areas at general higher level of quantities.

7.3. Spatial Fluctuations of the Microstructure during Deformation of Cu Single Crystals [S4]

I found that dislocation density fluctuates over the whole scan path independent of the deformation degree. These fluctuations are well above the error of the method being about $1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$: The relative magnitude of the variations is about 30–40% for all scans.

I found that up to a deformation of $\varepsilon = 0.08$ the fluctuations of ρ are definitely not stationary. However, for deformations $\varepsilon \geq 0.08$ the variation pattern seems to stabilize (especially if one looks at the most pronounced maxima and minima). A moderate growing of the dislocation density at small ε ($\rho < 10^{14} \text{ m}^{-2}$) is followed by a strong increase up to $3.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ from $\varepsilon = 0.12$ to $\varepsilon = 0.16$.

I have shown that the plots of the outer cut-off radius R_e of the dislocation-strain-field and of the dislocation-arrangement-parameter ($M = R_e (\rho)^{0.5}$) are over all parallel to each other but antiparallel when compared to the graph of the dislocation density. At $\varepsilon = 0.16$ the concurrent behavior of M and R_e starts to disappear: At locations with

similar values of R_ϵ the values of the dislocation density differ. Neither has it been possible up to now to measure the microstructural evolution during deformation nor to obtain quantitative information on the dislocation density and particularly the strain field of dislocation arrangements as a function of deformation and lateral position.

7.4. Vacancy concentrations determined from the diffuse background scattering of X-rays in plastically deformed copper [S2, S3, S5]

I found that in the polycrystalline specimen, the dislocation density increases considerably faster at the beginning of deformation and remains much larger throughout the entire deformation range than in the single crystalline specimen. For the polycrystalline specimen, the ratio of the background to peak scattering increases considerably faster at small ϵ values and remains much larger throughout the entire deformation range than the ratio corresponding to the single crystalline specimen.

I have shown that a fairly good proportionality between the R values and the dislocation densities can be observed. The rates of the increase of the diffuse background in the two different specimens are obtained to be $R_0^{SX}=0.002$ and $R_{PX}^0=0.026$, respectively, where the dislocation density is measured in units of 10^{14} m^{-2} :

8. Köszönetnyilvánítás

Köszönetet mondok témavezetőmnek, Dr. Ungár Tamás egyetemi tanárnak, a sok éven át tanúsított türelméért, iránymutatásáért és az általa sok éven át felhalmozott tudás átadásáért.

Köszönöm a dolgozathoz kapcsolódó kutatások során az ELTE Anyagfizika Tanszékétől és annak vezetőjétől, Dr. Lendvai János intézetigazgató egyetemi tanártól, valamint a Tanszék összes munkatársától kapott sok-sok segítséget.

Külön szeretném megköszönni a mindennapos segítséget közvetlen munkatársaimnak: Dr. Zsoldos Lehelnek, Dr. Gubicza Jenőnek, Ribárik Gábornak, Dragomir Iulianának és Simon Kornélnak.

Köszönetet mondok továbbá a Bécsi Egyetem Anyagtudományi Intézete kutatóinak, Michael Zehetbauernek, Erhard Schafnernek és Ireneus Kopacznak, akikkel a szinkrotronos méréseket és az adatok kiértékelését végeztem, valamint Sigrid Bernstorffnak, a SAXS Beamline vezetőjének.

Köszönettel tartozom az Oktatási Minisztérium közvetlen, az Országos Tudományos Kutatási Alapprogramok (OTKA) és az Austrian Science Foundation (FWF) közvetett anyagi támogatásáért.

Végül, de nem utolsó sorban köszönetet szeretnék mondani családomnak, amiért munkám során folyamatosan támogattak.

9. A disszertációhoz kapcsolódó saját publikációk jegyzéke

- [S1] E. Schafler, M. Zehetbauer, I. Kopacz, T. Ungár, P. Hanák, H. Amenitsch and S. Bernstorff:
Microstructural Parameters in Large Strain Deformed Ni Polycrystals as Investigated by Synchrotron Radiation,
Phys. Stat. Sol. (a) 175 (1999),501
- [S2] E. Schafler, K. Simon, S. Bernstorff, P. Hanák, G. Tichy, T. Ungár, M. Zehetbauer:
A second-order phase-transformation of the dislocation structure during plastic deformation determined by in situ synchrotron X-ray diffraction,
Acta Materialia 53 (2005) 315–322.
- [S3] T. Ungár, E. Schafler, P. Hanák, S. Bernstorff, M. Zehetbauer,
Vacancy production during plastic deformation in copper determined by in-situ X-ray diffraction,
Mater. Sci. Eng. A, 462 (2007) 485–490.
- [S4] M. Kerber, E. Schafler, P. Hanák, G. Ribárik, S. Bernstorff, T. Ungár, M. Zehetbauer:
Spatial Fluctuations of the Microstructure during Deformation of Cu Single Crystals,
Z. Kristallogr. Suppl. 23 (2006) 105–110
- [S5] T. Ungár, E. Schafler, P. Hanák, S. Bernstorff, M. Zehetbauer,
Vacancy concentrations determined from the diffuse background scattering of X-rays in plastically deformed copper,
Z. Metallkunde, 96 (2005) 578–583.

10. Irodalomjegyzék

- [1] Andrade, EN., Henderson, C., Phil Trans Roy Soc A 244, p. 177 (1951)
- [2] Diehl, J., Z Metallkde 47, p. 331 (1956)
- [3] Stüwe ,HP., Z Metallkde 56, p. 633 (1965)
- [4] Kovács, I., Acta Met 15, p. 1731 (1967)
- [5] Mecking, H., In: Thompson AW, editor. Proceedings of work hardening in tension and fatigue. New York: AIM; p. 67–88. (1977)
- [6] Diehl, J., Mader, S., Seeger, A., Z Metallkde 46, p. 650 (1955)
- [7] Lücke, K., Lange, H., Z Metallkde 44, p. 183 (1953)
- [8] Blewitt, TH., Coltman, RR., Redman, JK., Dislocations and mechanical properties of crystals (New York: Wiley). (1955)
- [9] Zehetbauer, M., Seumer, V., Acta Metall Mater 41, p. 677 (1993)
- [10] Göttler, E., Phil Mag 28, p. 1057 (1973)
- [11] Mughrabi, H., Acta metall. 31, p. 1367 (1983)
- [12] Gil Sevillano, J., Aernoudt, E., Mater Sci Eng 86, p. 35 (1987)
- [13] Hughes, DA., Nix, DA., Metall Trans A 19, p. 3013 (1988)
- [14] Hughes, DA., Hansen, N., Metall Trans A 24, p. 2021 (1993)
- [15] Kuhlmann–Wilsdorf, D., In: Nabarro FRN, Duesbury MS, editors. Dislocations in solids, vol. 11. Amsterdam: NH–Elsevier; p. 211 (2002)
- [16] Argon, AS., Haasen, P., Acta Metall Mater 41, p. 3289 (1993)
- [17] Kocks, UF., Mecking, H., Progr. Mat.Sci. 48, p. 171 (2003)
- [18] Wilkens M, Ungár T, Mughrabi H. Phys Stat Sol. 104. p. 157 (1987)
- [19] Alberdi, JM., PhD thesis, University of Navarra, San Sebastian; (1984)
- [20] Mughrabi, H., Ungár, T., Kienle, W., Wilkens, M., Phil. Mag. 53, p. 793 (1986)
- [21] Ungár, T., Mughrabi, H., Wilkens, M., in Proc. 5th Riso Int. Symp. on Metallurgy and Material Science, eds. N. Hessel Andersen, M. Eldrup, N.

- Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, H. Lilholt, O.B. Pedersen and B.N. Singh, Riso National Lab., Roskilde, Denmark, p. 539 (1984)
- [22] Ungár, T., Mughrabi, H., Rönnpapel, D., Wilkens, M., *Acta metall.* 32, p. 333 (1984)
- [23] Ungár, T., *Materials Science Forum* 23, p. 166 (1994)
- [24] Wilkens, M., Bargouth, M.O., *Acta metall.* 16, p. 465 (1968)
- [25] Oettel, H., *phys. stat. sol.*, (a) 6, p. 265 (1971)
- [26] Ungár, T., Mughrabi, H., Wilkens, M., *Acta metall.* 30, p. 1861 (1982)
- [27] Müller, M., Zehetbauer, M., Borbély, A., Ungár, T., *Z. Metallkde.* 86, p. 827 (1995)
- [28] Müller, M., Zehetbauer, M., Borbély A. Ungár T., *Scripta met.mater.* 35, p. 1461, (1996)
- [29] Wilkens, M., In: Simmons JA, de Wit R, Bullough R, editors. *Fundamental aspects of dislocation theory*, vol. II. Washington (DC): Nat. Bur. Stand (US). Spec. Publ. No. 317. p. 1195 (1970)
- [30] Hilscher, A., Wilkens, M., *Scripta Metall* 23 p. 785 (1989)
- [31] Wilkens, M., *phys. stat. sol.* (a) 2, p. 359 (1970)
- [32] Hughes, D.A., *Proc. 16th Riso Int. Symp. Mater. Sci. Microstr. Cryst. Aspects of Recrystallisation*, eds. N. Hansen et al., Riso Nat. Lab. Roskilde, Denmark, p. 63. (1995)
- [33] Wilkens, M., Herz, K., Mughrabi, H., *Z. Metallkde.* 71, p. 376 (1980)
- [34] Ungár, T., Dragomir, I., Révész, A., Borbély, A., *J. Appl. Cryst.* 32, p. 992 (1999)
- [35] Ungár, T., Tichy, G., *Phys. Status Solidi A* 171, p. 425 (1999)
- [36] Ribárik, G., Ungár, T., Gubicza, J., *J. Appl. Cryst.* 34, p. 669 (2001)
- [37] Mughrabi, H., Ungár, T., In: Nabarro FRN, Duesbury MS, editors. *Dislocations in solids*, vol. 11. Amsterdam: NH-Elsevier; p. 343 (2002)
- [38] Gaál, I., In: Hessel Andersen N, Eldrup M, Hansen N, Juul Jensen D, Leffers T, Lilholt H, Pedersen OB, Singh BN, editors. *Proceedings of the fifth Riso*
-

- international symposium on metallurgy and material science. Roskilde, Denmark: Riso National Laboratory. p. 249 (1984)
- [39] Groma, I., Ungár, T., Wilkens, M., J Appl Crystallogr 21, p. 47 (1988)
- [40] Groma, I., Phys Rev B 57, p. 7535 (1998)
- [41] Ungár, T., Groma, I., Wilkens, M., J. Appl. Cryst. 22, p. 26 (1989)
- [42] Zehetbauer, M., Acta Metall Mater 41, p. 589 (1993)
- [43] Estrin, Y., Molinari, A., Tóth, L.S., Brecht, Y., Acta Mater 46, p. 5509 (1998)
- [44] Landau, L.D., Lifshitz, E.M., Course of theoretical physics. Statistical physics: part 1, vol. 5. Oxford: Pergamon Press; (1980)
- [45] Székely, F., Groma, I., Lendvai, J., Phys Rev B 62, p. 3093 (2000)
- [46] Mughrabi, H., Ungár, T., Biermann, H., Key Eng. Mat. 97–98, p. 437 (1994)
- [47] Hughes, D.A., Mater Sci Eng A 46, p. 319 (2001)
- [48] Zehetbauer, M., Ungár, T., Kral, R., Borbély, A., Schafner, E., Ortner, B., et al. Acta Mater 47(3), p. 1053 (1999)
- [49] Novak, I., diploma thesis, University Vienna, (1992)
- [50] Kocks, U.F., Scattergood, R.O., Acta metall. 17, p. 1161 (1969)
- [51] Schafner, E., Zehetbauer, M., Borbély, A., Ungár, T., Mater.Sci.Eng A. 445, p. 234 (1997)
- [52] Ungár, T., Zehetbauer, M., Scripta mater. 35, p. 1467 (1996)
- [53] Zehetbauer, M., Trattner, D., Mat. Sci. Eng. 89, p. 93 (1987)
- [54] Zuef, L.B., Danilov, V.I., 1999, Phil. Mag. A 79, p. 43 (1999)
- [55] Zuef, L.B., Danilov, V.I., Barannikova, S.A., Zykov, I.Y., Appl. Phys. A 71, p. 91 (2000)
- [56] Argon, A.S., in Physical Metallurgy, ed. P. Haasen, R.W. Cahn, North Holland, Vol. 3, ch.22, p. 1957 (1996)
- [57] Mingler, B., Karnthaler, H.P., Zehetbauer, M., Valiev, R.Z., Mater. Sci. Eng. A 242, p. 319 (2001)

- [58] Wilkens, M., 1979, in *Fundamental Aspects of Dislocation Theory*, ed. J. A. Simmons, R. de Wit, R. Bullough, Vol. II. Nat. Bur. Stand. (US) Spec. Publ. No. 317, Washington, DC. USA, p. 1195
- [59] Warren, BE., *Progr. Metal Phys.* 8, p. 147 (1959)
- [60] Zehetbauer, M., Kral, R., Schafler, E., Bernstorff, S., Amenitsch, H., Ungár, T., *Acta. Mater.* 47, p. 1053 (1999)
- [S2] Schafler, E., Simon, K., Hanák, P., Tichy, G., Bernstorff, S., Ungár, T., Zehetbauer, M., *Acta. Mater.* 53, p. 315 (2005)
- [61] Roennpapel, D., Schwink, Ch., *Acta Metall.* 26, p. 319 (1978)
- [62] van Drunen, G., Saimoto, S., *Acta Metall.* 19, p. 213 (1971)
- [63] Ambrosi, P., Goettler, E., Schwink, Ch., *Scripta Metall.* 8, p. 1093 (1974)
- [64] Ambrosi, P., Homeier, W., Schwink, Ch., *Scripta Metall.*, 14, p. 325 (1980)
- [65] Trinkaus, H., *Phys. Stat. Sol.(b)*, 51, p. 307 (1972)
- [66] Schafler, E., Steiner, G., Korznikova, E., Kerber, M., Zehetbauer, M., *Mat. Sci. Eng. A* 410–411, p. 169 (2005)
- [67] Watts, BR., in: *Dislocation in Solids*, ed. F.R.N.Nabarro, vol.8, Elsevier, Amsterdam, p.175 (1989)
- [68] Beaver, MB., Holt, DL., Titchener, AL., *Prog. Mater. Sci.* 17 (1973).
- [69] Seeger, A., *Handbuch der Physik III*. Springer-Verlag, Berlin (1955).
- [70] Van den Beukel, A., *Vacancies and Interstitials of Metals*, Amsterdam: North Holland, p. 427 (1969)
- [71] Zehetbauer, M., *Key Eng. Mater.*, 97–98, p. 287 (1994)
- [72] Krivoglaz, MA., *Theory of X-ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals*, Plenum Press, New York. (1996)
- [73] Wollenberger, HJ., ch. 17 in: *Physical Metallurgy*, Ed. R. W. Cahn and P. Haasen, Elsevier, Amsterdam, p. 1189, (1983)
- [74] Essmann, U., Goesele, U., Mughrabi, H., *Phil. Mag. A*, 44, p. 405 (1981)
- [75] Van Bueren, HG., *Acta Metall.* 3, p. 519 (1955)

- [76] Saada, G., in *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, eds. G. Thomas & J. Washburn, New York, Interscience, (1963)